

Anelastische Relaxationen durch Punktdefekte und Versetzen in Fe-Al-Legierungen

Von der Fakultät für Physik und Geowissenschaften
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina
zu Braunschweig
zur Erlangung des Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
(Dr.rer.nat.)
genehmigte
D i s s e r t a t i o n

von Alexander Strahl
aus Celle

1. Referent: Prof. Dr. H. Neuhäuser

2. Referent: Prof. Dr. I.S. Golovin

3. Referent: Prof. Dr. H-R. Sinning

eingereicht am: 6.2.2006

mündliche Prüfung (Disputation) am: 26.04.2006

Druckjahr: 2006

Die Dissertation ist als gedruckte Version beim Verlag **dissertation.de**
unter der **ISBN 3-86624-198-4** erschienen.

Vorabveröffentlichungen

Teilergebnisse aus dieser Arbeit wurden mit Genehmigung der Fakultät für Physik und Geowissenschaften, vertreten durch den Mentor der Arbeit, in folgenden Beiträgen vorab veröffentlicht:

Publikationen

1. A. Strahl, S.B. Golovina, I.S. Golovin, H. Neuhäuser. *On dislocation-related internal friction in Fe-22-31 at.% Al*. Journal of Alloys and Compounds, 378, (2003) p. 268-273
2. I.S. Golovin, S.B. Golovina, A. Strahl, H. Neuhäuser, T.S. Pavlova, S.A. Golovin, R. Schaller. *Anelasticity of Fe₃Al intermetallic compounds*. Scripta Materialia, 50, (2004) p. 1187-1192
3. I.S. Golovin, H. Neuhäuser, A. Riviere, A. Strahl. *Anelasticity of Fe-Al alloys, revisited*. Intermetallics, 12, (2004) p.125-150
4. I.S. Golovin, S.B. Golovina, C. Grusewski, H-R. Sinning, A. Strahl, H. Neuhäuser. *Anelasticity relaxation of interstitial solid solution during C-Fe-Al decomposition*. Reports of Russia Academy of Science (RAS), Physics 69/8, (2005) p. 1175-1182 (in russisch)
5. A. Strahl, I.S. Golovin, H. Neuhäuser, S.B. Golovina, T. Pavlova, H.-R. Sinning. *Influence of Al concentration on parameters of the short and long range carbon diffusion in iron*. Materials Science and Engineering A, 442, (2006) p. 128-132
6. I.S. Golovin, A. Strahl, H. Neuhäuser. *Anelastic relaxation and structure of ternary Fe-Al-Me alloys with Me = Co, Cr, Ge, Mn, Nb, Si, Ta, Ti, Zr*. International Journal of Materials Research (Zeitschrift für Metallkunde), 97 (2006) p. 1078-1092

Tagungsbeiträge

1. A. Strahl, I.S. Golovin, A. Nagy, T.S. Pavlova, T.V. Pozdova, M. Eggers, H. Neuhäuser. *Mechanische Spektroskopie von Fe-(18 bis 40 at.%) Al-Legierungen*. (2003) Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Dresden

-
2. A. Strahl, I.S. Golovin, T. Pavlova, H. Bremers, Ch. Grusewski, H. Neuhäuser. *Mechanical Spectroscopy of Fe-Al-Cr, Fe-Al-Si, Fe-Al-Co alloys*. (2004) Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Regensburg.
 3. A. Strahl, S.B. Golovina, I.S. Golovin, H. Neuhäuser. *Mechanical Spectroscopy of Fe-Al alloys with Al concentrations up to 26 at.%*. (2005) Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Berlin.
 4. A. Strahl, I.S. Golovin, H. Neuhäuser, S.B. Golovina, T. Pavlova, H.-R. Sinning. *Influence of Al concentration on parameters of the short and long range carbon diffusion in iron*. (2005) ICIFMS-14 (The 14th International Conference on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy), Kyoto - Japan

Danksagung

Mein größter und innigster Dank gilt **Prof. Dr. H. Neuhäuser**, der, obwohl er während meiner Doktorarbeit in den Ruhestand ging, immer für mich da war und mir sehr in allen Dingen geholfen hat.

Als zweites möchte ich **Prof. Dr. I.S. Golovin** außerordentlich für die Zusammenarbeit und seine Unterstützung während der Doktorarbeit danken. Er hat in mir das Interesse an Vibrating-Reed-Messungen an Eisen-Aluminium-Legierungen geweckt und mich dann nicht mit ihnen alleingelassen.

Bei **S.B. Golovina** möchte ich mich für die gute Zusammenarbeit der letzten Jahre bedanken, es gab nie Probleme mit den Anlagen, die wir nicht beseitigen konnten. Für die Übernahme von vielen VR-Messungen sei ihr zusätzlich gedankt.

Für die Übernahme der Referate zu dieser Arbeit möchte ich mich bei **Prof. Dr. H. Neuhäuser**, **Prof. Dr. I.S. Golovin** und **Prof. Dr. H.-R. Sinning** bedanken.

Bei **T. Pavlova** möchte ich mich für Ihre VR-Messungen mit kleinen Frequenzen (≈ 1 Hz) bedanken. **Ch. Mennerich** soll mein Dank gebühren für die Einführung in die Vibrating-Magnetometer-Apparatur. **U. Baronick** und **C. Siemers** sei für ihre DSC-Messungen, **Ch. Grusewski** für ihre TEM-Bilder und **Dr. H. Bremers** für seine Röntgenmessungen gedankt. **B. Brust** für die vielen geschmolzenen Legierungen, die wir brauchten, **S. Lomachynskyy** für das Schneiden der Probegeometrien, **H. Scholz** auch nach seiner Pensionierung für das Einglasen der Proben und **W. Striepe** für die thermischen Vorbehandlungen gebührt mein Dank, ohne sie wären die Experimente nicht möglich gewesen. Bei **Prof. Dr. Zachmann und Kollegen** möchte ich mich für die vielen Konzentrationsbestimmungen der Proben bedanken, die einige Aussagen erst möglich machten.

Ich möchte mich für den fairen Umgang und die gute Arbeitsumgebung bei meiner Arbeitsgruppe (**Dr. A. Brink**, **H. Dierke**, **M. Eggers**, **V. Grützun**, **F. Hagemann**, **Dr. F. Klose**, **F. Krawehl** und **Prof. Dr. H. Neuhäuser**), aber auch anderen Arbeitsgruppen des Institutes (**Dr. D. Baabe**, **Prof. Dr. J. Hesse**, **J. Kreitlow**, **Ch. Mennerich**,

Dr. O. Michele, Dr. D. Mienert, Dr. H.-H. Klauf, Dr. A. Otop, Prof. Dr. S. Sallow und Dr. A. Wolter) und den Mitarbeitern (**M. Bosse, B. Brust, A. Ellermann, B. Rienacker-Dickmann, W. Röh, G. Wesemann und G. Zeising**) des Institutes für Physik der Kondensierten Materie bedanken.

Den wissenschaftlichen Korrekturrenten (**Dr. D. Baabe, H. Dierke, Prof. Dr. I.S. Golovin, J. Kreitlow, Ch. Mennerich, M. Spieker und Prof. Dr. H. Neuhäuser**) und den Korrekturrenten für Rechtschreibung und Grammatik (**S. Darragi, A. Strahl und H. Strahl**) gilt mein besonderer Dank, da sie mir immer wieder neue Vorschläge und Ideen gaben und mein Werk auch mit dem richtigen Ausdruck versahen.

Ohne die Zusammenarbeit mehrere Institute wäre die Arbeit nicht möglich gewesen, somit möchte ich mich bei folgenden Instituten bedanken:

- Institut für Physik der Kondensierten Materie der TU Braunschweig
- Institut für Werkstoffe der TU Braunschweig
- Institut für Umweltgeologie der TU Braunschweig
- Institut für Physics of Metals and Materials Science Department der Uni Tula, Russland
- Institut für Angewandte Physik der TU Braunschweig
- Zentral Research Institute for Iron and Steel, Moskau, Russland

Meiner Freundin **Sonia Darragi** möchte ich für das Aushalten und die Unterstützung in dieser schweren Zeit besonders danken.

Für die Verbundenheit, das 'zu mir stehen' und einfach das Da- und AnsichSein während meines gesamten Lebens möchte ich ganz besonders und innig meinen Eltern (**Annegret und Hans Strahl**) danken.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	5
1 Einleitung	9
2 Grundlagen	13
2.1 Mechanische Eigenschaften	14
2.2 Mechanische Modelle	15
2.3 Innere Reibung	18
2.4 Ursachen innerer Reibung	22
2.4.1 0D Effekte	22
Snoek-Peak	23
Finkelshtein-Rosin-Peak	26
X-Peak	26
Zener-Peak	27
2.4.2 1D Effekte	29
Bordoni/Niblett-Wilks-Peak	31
WW zwischen Punktdefekten und Versetzungen .	31
Hasiguti-Peak	34
Snoek-Köster-Peak	34
D-Peak	35
2.4.3 2D und 3D Effekte	36
Phasengrenzen	36
Korngrenzen	36
Thermoelastischer Effekt	37
Gorsky-Relaxation	38
Magnetische Effekte	38
2.5 Aktivierungsenergien	40

3	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion	43
3.1	Das Eisen-Aluminium System	43
	Struktur	43
	Phasendiagramm	45
	Legierungen und Probenvorbehandlungen	47
3.2	Charakterisierung	47
3.3	Durchführung von Vibrating-Reed-Messungen	49
3.3.1	Übersicht der Ergebnisse	50
3.4	S-Peak	51
	Andere Interpretationen	52
	Vorüberlegungen	54
3.4.1	Variation der Resonanzfrequenz	55
3.4.2	Variation des Kohlenstoffanteils	56
3.4.3	Variation der thermischen Behandlung	59
3.4.4	Untersuchung der Kinetik	63
3.4.5	Variation der Al-Konzentration	68
	Trennung des S-Peaks in Fe-Anteil und Al-Anteil	70
	Vergleich zur Literatur	84
3.4.6	Vergleich mit Simulationen	87
3.4.7	Ergebnis	91
3.5	X-Peak	93
	Andere Interpretationen	93
	Untersuchte Fragestellungen	95
3.5.1	Variation der Resonanzfrequenz	95
3.5.2	Variation des Kohlenstoffanteils	97
3.5.3	Variation der thermischen Behandlung	97
3.5.4	Variation der Al-Konzentration	99
3.5.5	Vergleich S- und X-Peak	100
3.5.6	Vergleich mit Simulation	101
3.5.7	Ergebnis	104
3.6	Z-Peak	105
3.6.1	Thermische Aktivierung	106
3.6.2	Temperbehandlungen	109
3.6.3	Ergebnisse	110
3.7	D-Peak	111
3.7.1	Variation der Resonanzfrequenz	112
3.7.2	Variation der thermischen Behandlung	113

3.7.3	Variation der mechanischen Verformung	114
	Biegeverformung	115
	HPT - High Pressure Torsion	116
3.7.4	Weitere Ergebnisse	120
	Aluminiumabhängigkeit	120
	Kohlenstoffabhängigkeit	121
	Amplitudenabhängigkeit	121
3.7.5	Ergebnis	123
3.8	Zusammenfassung - Fe-Al	125
	Gegenüberstellung der AE	126
3.9	Fe-Al und Fe-Al-X (X=Al,Cr,Si,Ge,Co)	128
3.9.1	Eisen-3at.%X	128
3.9.2	Eisen-Aluminium-Chrom	130
3.9.3	Eisen-Aluminium-Silizium	131
3.9.4	D-Peak in binären und ternären Fe-Legierungen .	132
3.9.5	Ergebnisse	134
4	Zusammenfassung und Ausblick	135
A	Experimenteller Aufbau	141
A.1	Aufbau der Vibrating-Reed-Anlagen	141
A.1.1	Mechanischer Aufbau	141
A.1.2	Probe und Probenhalterung	145
A.1.3	Anregung und Detektion	146
A.1.4	Elektronischer Aufbau	147
A.1.5	Temperaturregelung	150
A.1.6	Schwingungsanalyse (Free-Decay)	150
A.1.7	Ablauf der Messung	151
B	Daten	153
B.1	Liste der Proben	153
B.2	Tabelle der Wert-Koeffizienten	155
B.3	Liste mit VR-Daten (Literatur)	156
B.4	Liste mit VR-Daten	159
B.4.1	S-Peak	159
B.4.2	X-Peak	161
B.4.3	Z-Peak	162

B.4.4 D-Peak	162
B.5 TEM Aufnahmen	164
Abbildungsverzeichnis	165
Tabellenverzeichnis	168
Literaturverzeichnis	169

Kapitel 1

Einleitung

Das Element Eisen mit dem chemischen Zeichen *Fe* (lt. *ferrum*) hat eine sehr lange und bedeutende Geschichte, nicht nur für Menschen, auch für Tiere und Pflanzen. In Hawaii wuchs die Ananas aus Mangel an Eisen nicht mehr, bis ein Engländer (Dr. Schilling) 1911 die erste Eisendüngung veranlasste. Schon in der Bronzezeit war Meteoreisen bekannt, es hatte einen monetär höheren Wert als Gold und eine ganze Epoche (Eisenzeit) wird nach ihm benannt. Aber noch immer birgt es Geheimnisse in sich, einigen wird versucht in dieser Arbeit auf die Spur zu kommen. Eisen zählt, neben den organischen Bausteinen, zu einer der am meisten untersuchten Atomsorten. Es hat im Periodensystem der Elemente eine ausgezeichnete Rolle, da die Bindungsenergie pro Nukleon minimal ist und es somit den stabilsten Kern hat. Eisen als Metall wurde schon im 15. Jahrhundert v.u.Z. in Mesopotamien gewonnen. Da sich seine Verhüttung und Bearbeitung als sehr schwer erwies, breitete es sich erst zwischen dem 12. und 8. Jahrhundert v.u.Z. aus. Der Name *Eisen* ist entweder auf das urkeltische Wort *isorai* oder auf das indogermanische Wort *eison* (glänzend) zurückzuführen.

Eine Legende besagt, dass der Herrscher von Damaskus einen Übeltäter besonders hart bestrafen wollte und verfügte, dass der zu Bestrafende mit einer rotglühenden Schwertklinge zu richten sei. Zum Erstaunen des Henkers erwies sich die Klinge danach als härter. Als Erklärung dachte man sich, dass die Seele des Sterbenden in das Schwert übergegangen sei. Diese Legende scheint wahr zu sein, denn es ist bekannt, dass Eisenwaffen mit Blut gehärtet wurden. (Noch Kapitän Ahab in 'Moby Dick' ließ seine Harpune mit seiner Männer Blut härten.) Heute weiß man, dass der im Blut enthaltene Stickstoff mit dem Eisen reagiert und

auf der Oberfläche sehr harte Nitride bildet. Damit war eine der ersten „Veredelungen“ des Eisens gefunden und es sollten viele weitere folgen, das bekannteste verwendete Element, schon aufgrund der Verhüttung im Rohmaterial enthalten, ist der Kohlenstoff. Darauf basierend wurde eine Fülle von Stählen entwickelt. Eine andere Veredelung besteht im Beifügen von Aluminium, das heute wichtige Legierungen kennzeichnet, die in fast allen industriellen Bereichen Verwendung finden, wie in Abbildung 1.1 illustriert.

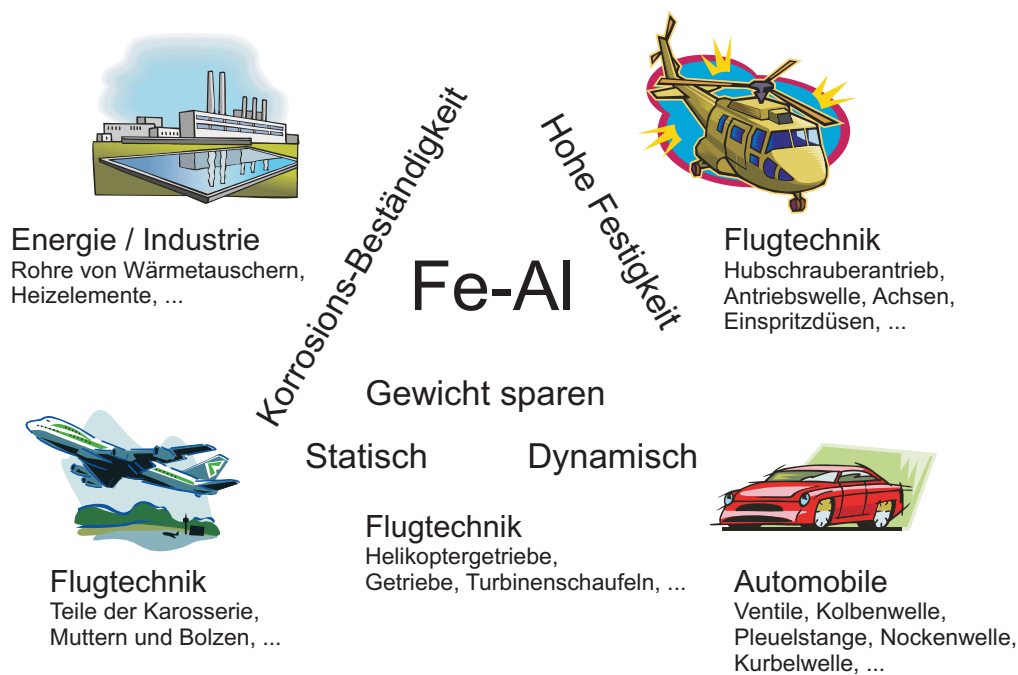


ABB. 1.1: Industrielle Verwendungsmöglichkeiten von FeAl.

Niedriges Gewicht, eine höhere Festigkeit und eine bessere Korrosionsbeständigkeit zeichnen Eisen-Aluminium-Legierungen gegenüber reinem Eisen aus. Mechanische, magnetische oder dissipative Eigenschaften können durch weitere „Stahlveredler“ (z.B. C, Cr, Mn, Co, Si, Ge, ...) positiv beeinflusst werden. Da neben der Korrosionsbeständigkeit das thermische Verhalten in vielen industriellen Bereichen wie z.B. bei Wärmetauschern eine wichtige Rolle spielt, liegt es nahe, dieses auch genauer zu untersuchen. Die Vibrating-Reed-Technik stellt hierfür eine gute Möglichkeit dar, weil sie sowohl atomar-dynamische Prozesse als auch Umordnungs- und Bewegungsabläufe bei zunehmender Temperatur detektieren kann.

Materialien, bei denen eine äußere mechanische Spannung angelegt wird,

antworten mit einer (verzögerten) Dehnung. Der einfachste Fall ist die elastische Verformung. Sie wurde bereits im 17. Jahrhundert von R. Hooke im Hookeschen Gesetz erfasst. Wird eine Probe in mechanische Schwingung versetzt, indem sie von außen ihrer Resonanzfrequenz entsprechend angeregt wird, schwingt sie nach Abschalten der äußeren Erregung weiter. Die Schwingungsamplitude wird kleiner da 'innere Reibung' die Schwingungsenergie allmählich aufzehrt, verursacht durch atomare Umlagerungen im Material. Wird der Verlauf dieser Dämpfung bei Temperaturveränderung gemessen, kann ein 'Dämpfungsspektrum' aufgezeichnet werden, das ein Dämpfungsmaximum (Peak) bei charakteristischen Temperaturen zeigt, in denen die Messfrequenz einer vom Material und Mechanismus bedingten reziproken Relaxationszeit entspricht. Derartige Untersuchungen werden in dieser Arbeit an verschiedenen Eisen-Aluminium-Legierungen vorgenommen. Die untersuchten Konzentrationen variieren von reinem Eisen bis zu FeAl-Legierungen mit 50at.%Al Anteil. Der Temperaturbereich, in dem die Legierungen untersucht wurden, reicht von ca. 93 bis 923 K. In diesem Intervall lassen sich vier Maxima der Dämpfung finden, der D-, S-, X- und Z-Peak. Bestandteil dieser Arbeit ist es, diesen Peaks bestimmte Relaxationsursachen zuzuordnen. Der D-Peak wird mit Versetzungen (linienhaften Defekten) in Verbindung gebracht, während der S-Peak durch einen Snoek-artigen Mechanismus (Sprünge von Kohlenstoff-Atomen zwischen benachbarten Zwischengitterplätzen) gedeutet wird. Die Ergebnisse zeigen, dass das Auftreten des X-Peaks sowohl mit Kohlenstoff als auch mit Leerstellen verknüpft ist. Der Z-Peak erweist sich als Zener-Peak, bei dem sich Al-Paare der anliegenden Spannung folgend reorientieren. Das Ziel der vorliegenden Arbeit besteht darin, diese meist am 'reinen' Eisen bzw. an verdünnten Fe-Legierungen gewonnenen Erklärungen für hochkonzentrierte Legierungen zu prüfen, zu stützen und zu vertiefen. Dazu werden die zulegierten Atomsorten (Al u.a.) sowie der Kohlenstoffgehalt und die thermische Vorbehandlung (Abschrecken, Anlassen) variiert.

Zur Einführung zeigt das dem eigentlichen Messungs- und Diskussionskapitel vorangestellte Grundlagenkapitel (Kap. 2) eine Übersicht über die meisten heute bekannten Relaxationsphänomene für metallisch-kristalline Festkörper. Der Hauptteil (Kap. 3) beginnt mit einer kurzen Einführung in das Fe-Al System und widmet jeder Anomalie (Peak) einen eigenen Abschnitt. Dem S- und dem X-Peak werden jeweils eine

Ursache zugeordnet. Auf den Z-Peak wird nur kurz eingegangen, da er häufig außerhalb des Messbereiches liegt. Für die Familie des D-Peaks gelang es nicht einen eindeutigen Mechanismus festzulegen. Abschließend werden die binären Fe-Al-Legierungen durch Zusatz weiterer Elemente auf ternäre Verbindungen erweitert und die gefundenen Ergebnisse auf die ternären Legierungen angewendet und auf Konsistenz mit den vorgeschlagenen Mechanismen geprüft. Die hauptsächlich benutzten Apparaturen sind im Anhang A beschrieben. Die tabellarische Darstellung der Literaturdaten (Resonanzfrequenz, Aktivierungsenergie, τ_0) und die in dieser Arbeit ermittelten Werte finden sich im Anhang B. Diese Daten sind in der Zusammenfassung (Absch. 3.8) des Fe-Al Abschnitts einander gegenübergestellt.

Kapitel 2

Grundlagen

Im Folgenden soll in Abschnitt 2.1 das mechanische Verhalten von Festkörpern allgemein skizziert werden, danach wird in Abschnitt 2.2 auf mechanische Modelle eingegangen, um hieraus in Abschnitt 2.3 Formeln für die *innere Reibung* abzuleiten. In Abschnitt 2.4 werden die wichtigsten physikalischen Prozesse vorgestellt, die in metallischen Materialien innere Reibung hervorrufen können. Auf die Berechnung der Aktivierungsenergie (AE) von thermisch aktivierten Prozessen wird in Abschnitt 2.5 eingegangen.

Zur Einführung in die Theorie mechanisch belasteter Festkörper wird in Abbildung 2.1 ein Energieschema gezeigt, welches den energetischen Zustand eines Körpers mit Hilfe eines Dreiecks beschreibt.

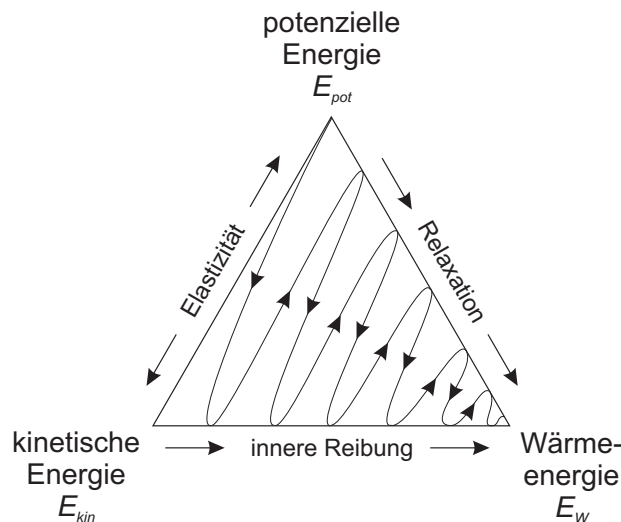


ABB. 2.1: Energieaustausch in einem Festkörper (nach Feudenthal) [Feu55].

Die Ecken geben den Energiegehalt von kinetischer Energie E_{kin} , potenzieller Energie E_{pot} und Wärmeenergie E_w an. Zusätzlich zur Umwandlung mechanischer Energie in Wärme kann eine Transformation in andere

Energieformen, z.B. Schallenergie oder magnetische Energie erfolgen. Die Zustandsänderungen werden durch Änderungen des Zustandspunktes im Inneren der Dreiecksfläche ausgedrückt. Die Energiebilanz lautet:

$$dA = dE_{kin} + dE_{pot} + dE_W. \quad (2.1)$$

A entspricht dabei der Arbeit, die von äußeren Kräften verrichtet wird. Der reversible Austausch zwischen potenzieller und kinetischer Energie (Gleichung 2.1), wie etwa bei einer periodisch ungedämpften mechanischen Schwingung erfolgt, wird durch die Kante ($E_{kin} \longleftrightarrow E_{pot}$) dargestellt. Der Schenkel ($E_{kin} \rightarrow E_W$) gibt die Umwandlung kinetischer Energie in Wärme infolge innerer Reibung bzw. der Viskosität an. Längs der Kante ($E_{pot} \rightarrow E_W$) erfolgt eine Umwandlung potenzieller Energie in Wärme. Dieser Prozess wird als Relaxation bezeichnet. Die Beschreibung des Modellprinzips folgt in Kapitel 2.2. Bei einer gedämpften Schwingung bewegt sich der Zustandspunkt längs des skizzierten Linienzugs im Dreieck (Abb. 2.1). Dieses Phänomen wird auch Anelastizität oder Inelastizität genannt [Zen48].

2.1 Mechanische Eigenschaften

Das mechanische Verhalten vieler Festkörper unter vorgegebenen Spannungen σ und Temperaturen wird in Abbildung 2.2 schematisch dargestellt.

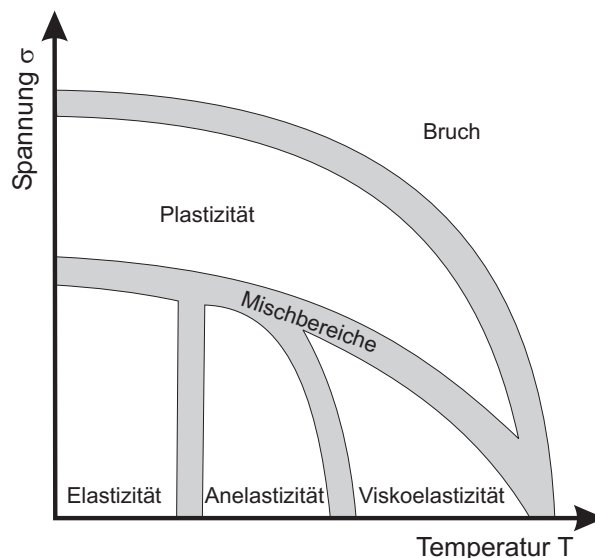


ABB. 2.2: Mechanische Eigenschaften von Werkstoffen (Schema nach Berry [Ber78]).

Je nach Ausmaß der Beanspruchung reagiert das Material bei verschiedenen Temperaturen elastisch, anelastisch, viskoelastisch, plastisch oder unter extremen Bedingungen brüchig. Die Grenzen sind bewusst unscharf gezeichnet, weil sie u.a. wesentlich von der Beanspruchungsgeschwindigkeit (Dehn- oder Kompressionsgeschwindigkeit oder Spannungsrate) abhängen.

Die mechanischen Eigenschaften eines idealen linear elastischen Mediums werden durch das Hookesche Gesetz beschrieben:

$$\sigma = E\varepsilon. \quad (2.2)$$

Der Zusammenhang zwischen Spannung σ und Dehnung ε wird als Proportionalität beschrieben und ist für kleine Dehnungen oder Spannungen bei den meisten Materialien hinreichend genau. Die Proportionalitätskonstante ist der Elastizitäts-Modul (engl.: Young's modulus) E und ist im allgemeinen Fall ein Tensor 2. Stufe. Für das prinzipielle Verständnis sind die Tensoreigenschaften aber nicht notwendig. Das Hookesche Gesetz lässt sich auch als skalare Gleichung auffassen und ähnelt dann dem Ohmschen Gesetz ($u = Ri$) aus der Elektrostatik. Das Reziproke von E wird Nachgiebigkeit (engl.: "Compliance") $J = E^{-1}$ genannt.

Wenn die Einstellung des Gleichgewichtszustands zwischen Spannung und Dehnung zeitverzögert erfolgt, ergibt sich anelastisches Verhalten. Ein von C. Zener [Zen48] vorgeschlagener Ansatz besteht darin, das Hookesche Gesetz zu einer linearen Differenzialgleichung zu erweitern:

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = E_r (\varepsilon + \tau_\sigma \dot{\varepsilon}) \quad (\text{„standard anelastic solid“}), \quad (2.3)$$

wobei τ_ε und τ_σ den Zeitkonstanten und E_r dem relaxierten Modul entsprechen. Einer der Parameter lässt sich mittels der Beziehung $\tau_\varepsilon/\tau_\sigma = E_r/E_u$ durch den unrelaxierten Modul E_u ersetzen. Ausführlichere Beschreibungen finden sich in [Har99], [NB72] und [LL59] und werden in Abschnitt 2.3 aufgegriffen.

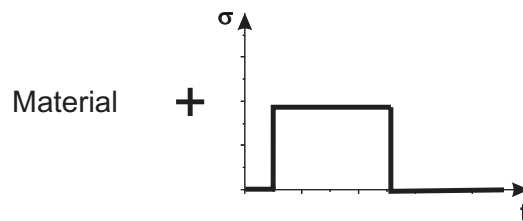
2.2 Mechanische Modelle

Das elastische, viskoelastische und plastische Verhalten von Werkstoffen lässt sich formal in einem rheologischen Modell durch eine endliche Anzahl von parallel oder in Reihe geschalteten Federn, Dämpfern und weiteren mechanischen Elementen darstellen. Die hier verwendeten Elemente

sind die *Feder nach Hooke* ($\sigma = E\varepsilon$) und das Dämpfungsglied aus einem Kolben in einem mit zäher Flüssigkeit gefüllten *Zylinder nach Newton* ($\sigma = \eta \cdot \dot{\varepsilon}$, η = Viskosität). Weitere Elemente werden ausführlich von G.Fantozzi [Fan01] beschrieben. Einige Kombinationen der Feder und des Dämpfungsgliedes haben eigene Namen und werden im Folgenden vorgestellt.

Bei allen drei Dehnungsverläufen wird auf das Material eine mechanische Rechteckspannung gegeben, wie in Abbildung 2.3 oben (als *Frage*) gezeigt. Die verschiedenen Körper (Materialien) antworten auf unterschiedliche Weise.

Frage:



Antwort:

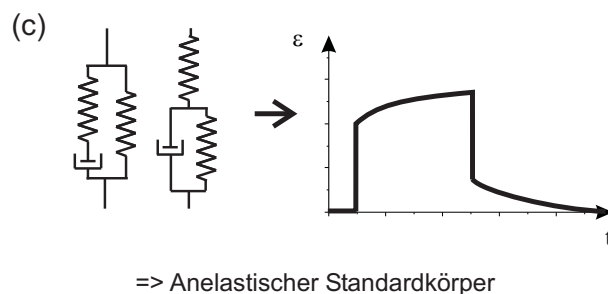
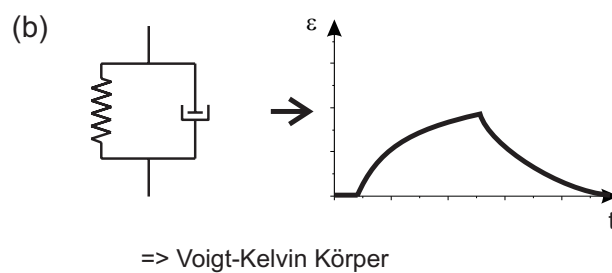
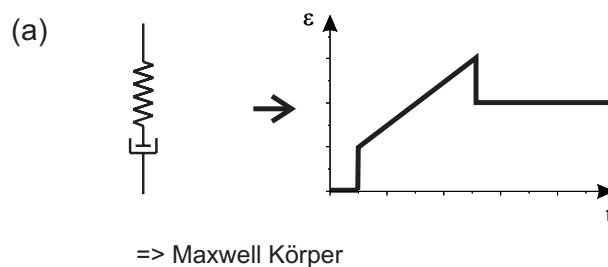


ABB. 2.3: Frage und Antwort (a,b,c) eines Materials.

Ein Maxwell-Körper (Abb. 2.3 a) beschreibt viskoelastisches Verhalten. Dabei liegen das Federelement und das Dämpfungsglied im Ersatzschaltbild in Reihe. Dieses Modell ist für die Beschreibung von Polymeren geeignet, da diese sich in gewissen Temperatur- und Belastungsbereichen viskoelastisch verhalten.

Ein Voigt-Kelvin-Körper (Abb. 2.3 b) beschreibt den idealen anelastischen Fall¹. Für die Annäherung an reales anelastisches Verhalten muss der Voigt-Kelvin-Körper um wenigstens eine Feder erweitert werden (Abb. 2.3 c) und man kommt zum anelastischen Standardkörper [Zen48], [NB72].

Ein Material verhält sich anelastisch, wenn es sich durch ein Feder-Dämpfer-Ersatzschaltbild beschreiben lässt, welches eine durchgehende Kette von Federn und mindestens ein Dämpfungsglied enthält. Dieses Modell ist geeignet, das mechanische Verhalten von Metallen zu beschreiben. Beide in Abbildung 2.3 c dargestellten Drei-Parameter-Modelle weisen das gleiche $\varepsilon(t)$ Verhalten auf.

Zur Veranschaulichung von mechanischem Verhalten sind in Abbildung 2.4 zwei $\sigma(\varepsilon)$ -Diagramme dargestellt, die den ideal elastischen und den anelastischen Fall zeigen.

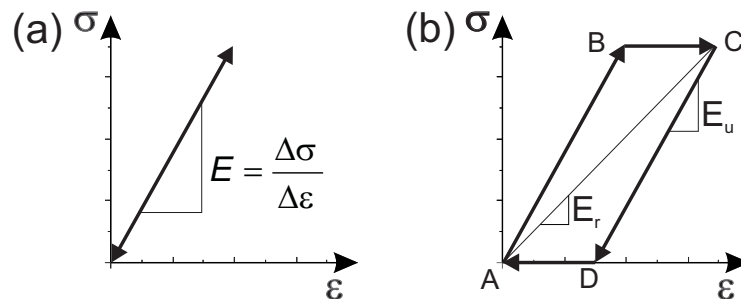


ABB. 2.4: $\sigma(\varepsilon)$ -Diagramm für: (a) ideal elastisch; (b) anelastisch

Während sich für den elastischen Fall eine Ursprungsgerade ergibt, vergrößert sich die Dehnung beim anelastischen Verhalten (Abb. 2.4 b) auch nach dem Anlegen einer mechanischen Spannung (von B nach C) weiter. Die Dehnung strebt asymptotisch gegen einen Grenzwert (C). Nach dem Ausschalten der Spannung bleibt eine Restdehnung (D), die mit der Zeit verschwindet (D nach A). Die Verformung ist vollständig reversibel. Die umschlossene Kurve kann als mechanische Hysterese angesehen werden

¹Das Verhalten eines Voigt-Kelvin-Körpers lässt sich gut in einem Auto nachvollziehen, da die Federung diese Art Kombination von Feder und Dämpfer aufweist.

und die von der Kurve umschlossene Fläche entspricht der aufzuwendenden Energie, die für die Verformung benötigt wird und die in Wärme umgewandelt wird. Im anelastischen Fall treten zwei Module auf: der unrelaxierte Modul E_u (Steigung von A nach B oder C nach D) und der relaxierte Modul M_r (Steigung von A nach C). Bei Anelastizität tritt somit die Zeit als zusätzliche Variable auf.

2.3 Innere Reibung

Mechanische Spektroskopie ist ein Verfahren zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften unter Variation von vorgegebenen Prozessgrößen, z.B. Frequenz, Temperatur oder Spannung. Durch ihre große Variationsmöglichkeit kann die mechanische Spektroskopie Aussagen über viele Materialeigenschaften, z.B. Modul und Dämpfung, unter veränderbaren Bedingungen treffen. Als ein übliches Verfahren hat sich neben vielen Torsionspendel-Anordnungen die Vibrating-Reed-Methode etabliert. Hier wird meist die Temperatur kontinuierlich verändert und die Dämpfung sowie die Resonanzfrequenz der Probe gemessen.

Dabei wird das Werkstoffverhalten, anstelle mit einer quasi-statischen Belastung wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, mittels einer periodisch oszillierenden Belastung untersucht. Wird eine periodische Anregung der Spannung (Abb. 2.5 a) vorgegeben

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cos(\omega t), \quad (2.4)$$

so antwortet ein Material aufgrund innerer Reibung mit einer verzögerten (harmonischen) Dehnung (Abb. 2.5 a) gemäß:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \cos(\omega t - \varphi). \quad (2.5)$$

Im elastischen Idealfall existiert zwischen Spannung und Dehnung kein Phasenwinkel ($\varphi = 0$) und es liegt eine vollständige elastische Schwingung vor. Der Tangens der Phasenverschiebung ($\tan \varphi$) kann als Maß der Dämpfung interpretiert werden.

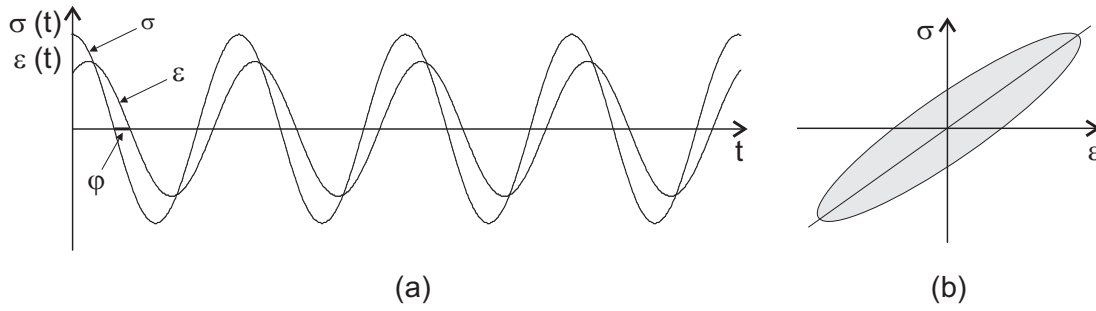


ABB. 2.5: Verlauf von Spannung und Dehnung:

(a) Spannungsanregung und zeitliche Antwort der Dehnung

(b) $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm (Die Ellipsenfläche entspricht dem Energieverlust)

Im $\sigma(\epsilon)$ -Diagramm lässt sich der Energieverlust durch die Ellipsenfläche darstellen:

$$\Delta W = \oint \sigma d\epsilon = \pi \sigma_0 \epsilon_0 \sin(\varphi) \quad (2.6)$$

Die Gesamtenergie berechnet sich durch:

$$W = \int_0^{2\pi} \sigma d\epsilon. \quad (2.7)$$

Wenn Anregung und Antwort harmonisch sind, ist der zeitliche Spannungsverlauf in komplexer Notation gegeben durch:

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{i\omega t} = \sigma_0 (\cos(\omega t) + i \sin(\omega t)). \quad (2.8)$$

Der Dehnungsverlauf entspricht dann:

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 e^{i(\omega t - \varphi)}. \quad (2.9)$$

Der komplexe Elastizitätsmodul folgt aus den Zeitverläufen und dem Hookeschen Gesetz. Er beschreibt nicht nur das elastische, sondern auch das anelastische Verhalten eines Materials:

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} e^{i\varphi} = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} (\cos \varphi + i \sin \varphi) = E' + iE''. \quad (2.10)$$

Die sich ergebenden Moduln E' bzw. E'' heißen Speichermodul bzw. Verlustmodul [NB72]. Der Tangens des Phasenwinkels ist gleich dem Quotienten aus Imaginär- und Realteil des komplexen Elastizitätsmoduls [Sin04], [Fan01]:

$$\tan \varphi = \frac{E''}{E'} = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W} \approx Q^{-1}. \quad (2.11)$$

Die Näherung 2.11 gilt nur für kleine φ . Für Q^{-1} existieren verschiedene Ausdrücke: Dämpfung, Verlustfaktor oder innere Reibung. Der Kehrwert von Q^{-1} wird in Analogie zum elektrischen Fall des Schwingkreises als Gütefaktor $Q \approx 2\pi \frac{W}{\Delta W}$ bezeichnet.

Der Speichermodul (Realteil) und der Verlustmodul (Imaginärteil) sind frequenzabhängig und über Kramers-Kronig-Relationen miteinander verknüpft. Es treten zwei Grenzfälle auf: der relaxierte Modul E_r bei niedrigen Frequenzen bzw. nach langer Schwingzeit und der unrelaxierte Modul E_u bei hohen Frequenzen. Die Differenz zwischen den Moduln wird Moduldefekt $\delta E = E_u - E_r$ und die normierte Grösse

$$\Delta = \frac{E_u - E_r}{E_r} = \frac{\delta E}{E_r} \quad (2.12)$$

Relaxationsstärke genannt. Das Dämpfungsglied antwortet beim anelastischen Standardmodell auf die Beanspruchung verzögert. Die Differenzialgleichung ergibt sich zu

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = E_r \varepsilon + E_u \tau_\varepsilon \dot{\varepsilon} \quad (2.13)$$

und entspricht der des zeitabhängigen Hookeschen Gesetzes (Gl. 2.3). Für die Relaxationszeit τ_ε (bei konstanter Dehnung) und τ_σ (bei konstanter Spannung) besteht der Zusammenhang:

$$\tau_\varepsilon = \frac{\tau_\sigma}{1 + \Delta} \quad (2.14)$$

Bei kleinen Relaxaktionsstärken ($\Delta \ll 1$) ist $\tau_\varepsilon \approx \tau_\sigma$ und wird im Folgendem als τ bezeichnet.

Bei einer harmonischen Dehnungsanregung ist der komplexe Elastizitätsmodul mit der Frequenz ω verknüpft:

$$E'(\omega) = E_r + \delta E \frac{\omega^2 \tau^2}{1 + \omega^2 \tau^2} = E_u + \delta E \frac{1}{1 + \omega^2 \tau^2}$$

und

$$E''(\omega) = \delta E \frac{\omega \tau_\varepsilon}{1 + \omega^2 \tau^2}. \quad (2.15)$$

Der Phasenwinkel φ , der bei anelastischen Stoffen zwischen Spannung und Dehnung auftritt, kann bei mechanischen Resonatoren als Dämpfung interpretiert werden [Sin04]:

$$\tan \varphi = \frac{E''}{E'} = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \approx Q^{-1}. \quad (2.16)$$

Die Funktion in Gleichung 2.16 wird Debye-Funktion genannt. Mathematisch umformuliert nimmt sie die Form

$$\tan \varphi = \frac{\Delta}{2} \cosh^{-1}(\ln(\omega\tau)) \quad (2.17)$$

an. Der Funktionsplot ist in Abbildung 2.6 dargestellt.

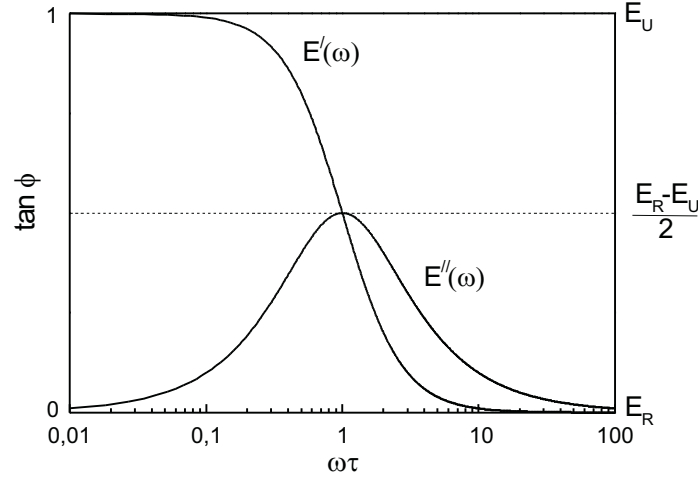


ABB. 2.6: Normierter Debye-Peak.

Das Maximum in der Dämpfung mit dem Wert $\Delta/2$ wird bei der Frequenz erreicht, die der reziproken Relaxationszeit entspricht ($\omega\tau = 1$). Dadurch kann aus der Frequenzabhängigkeit der Dämpfung auf die Relaxationszeit und aus dem Dämpfungsmaximum auf die Relaxationsstärke geschlossen werden.

Die Relaxationszeit ist in vielen Fällen eine Funktion der Temperatur; z.B. kann der Mechanismus eines thermisch aktivierten Prozesses durch die sog. Arrhenius-Gleichung

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{G}{k_B \cdot T}}, \quad (2.18)$$

beschrieben werden. Dabei entspricht G der Aktivierungsenthalpie und $\nu_0 = \frac{1}{\tau_0}$ wird als Anlauffrequenz bezeichnet. Kommt es bei der Dämpfungsmessung zu einer Verschiebung des Relaxationsmaximums der Frequenz bei unterschiedlichen Temperaturen, kann über einen Arrhenius-Plot auf die Aktivierungsenergie geschlossen werden (hier Temperatur-Frequenz-Verschiebungs-Verfahren, kurz TFFV genannt). Häufig kann davon ausgegangen werden, dass im Realfall nicht nur *ein* dämpfungserzeugender Relaxationsmechanismus vorliegt, sondern eine Verteilung von Aktivierungsenergien, was zu einer Verbreiterung des Dämpfungsmaximums führt. Bei einer Debye-Relaxation nach Abbildung 2.6 geht

der Modul bei Auftragung über $\log \omega\tau$ vom unrelaxierten zum relaxierten Modul ($E_r \rightarrow E_u$) über, wobei bei $\omega\tau = 1$ der Wert $\frac{E_R - E_U}{2}$ erreicht wird.

Wird der Ausdruck für die Relaxationszeiten aus Gleichung 2.18 in Gleichung 2.17 eingesetzt, dann folgt für die Temperaturabhängigkeit der inneren Reibung:

$$\tan \varphi = \frac{\Delta}{2} \cosh^{-1} \left(\frac{G}{k_B} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_m} \right) \right). \quad (2.19)$$

T_m entspricht der Temperatur des Peakmaximums bei $\omega\tau = 1$. Trägt man $\tan \varphi$ gegen $1/T$ auf, so ergibt sich bei der inneren Reibung, wie bei der $\log(\omega\tau)$ -Auftragung, ein symmetrischer Debye-Peak der Höhe $\Delta/2$, falls eine einzige Relaxationszeit vorliegt.

2.4 Ursachen innerer Reibung

Es gibt viele Ursachen, die Dämpfung in Metalllegierungen durch innere Reibung hervorrufen können; sie sollen im Folgenden besprochen werden. Alle bekannten Arten von Kristallfehlern können innere Reibung hervorrufen. Als bedeutendste Defekte sind *substitutionell und interstitiell gelöste Mischkristallatome, Leerstellen, Versetzungen, Korn-, Zwillings- und Phasengrenzen sowie Blochwände in Ferromagnetika (z.B. in Fe-Al mit niedriger Al Konzentration)* zu nennen. Zusätzlich treten *Thermoelastische Effekte* auf. Es folgt eine schematische Einordnung der für die Arbeit relevanten Effekte. Die Klassifizierung erfolgt nach der Zahl der beteiligten Gitter-Dimensionen, so gehört z.B. ein Leerstelleneffekt (0-dimensionaler Defekt) zum 0D Abschnitt und ein Versetzungseffekt (1-dimensionaler Defekt) zum 1D Abschnitt.

2.4.1 0D Effekte

Die anelastische Relaxation über Punktdefekte ist thermisch aktiviert und kann nur durch Umgruppierung von Symmetriedefekten verursacht werden, deren Symmetrie niedriger als die des Gitters ist [NB72].

Die Beschreibung der durch Punktdefekte hervorgerufenen Effekte ist mit einem einfachen eindimensionalen Doppelmuldenpotenzial möglich, in dem die Plätze durch eine Enthalpiebarriere ΔG voneinander getrennt

sind (Abb. 2.7). Die Sprungbarriere kann durch eine Kombination von zwei Prozessen überwunden werden. Dabei handelt es sich einerseits um eine thermische Aktivierung aufgrund einer thermischen Bewegung des Gitteratoms und andererseits um eine nicht thermische Komponente. Diese zweite Komponente kann zum Beispiel eine spannungsinduzierte Veränderung der Barrierenhöhe infolge einer von außen angelegten mechanischen Spannung sein. Diese angelegte Spannung verzerrt den Potenzialverlauf in der Richtung der angelegten Kraft und erzeugt eine verkleinerte oder vergrößerte Barriere ΔG_{si} [Jua01]:

$$\Delta G_{si} = \Delta G \pm V\sigma_{eff} \quad (2.20)$$

Das Aktivierungsvolumen

$$V = \left(-\frac{\delta G_{si}}{\delta \sigma_{eff}} \right)_T \quad (2.21)$$

ist durch die Änderung der freien Enthalpie bei konstanter Temperatur in Richtung der effektiv wirkenden Scherspannung σ_{eff} gegeben. Die effektive Scherspannung ergibt sich aus der Verminderung der externen Spannung σ_{ext} durch die innere Spannung σ_{int} : $\sigma_{eff} = \sigma_{ext} - \sigma_{int}$

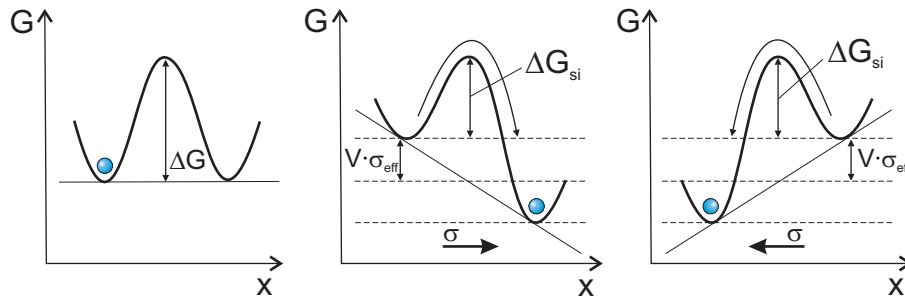


ABB. 2.7: Doppelmuldenpotenzial ohne und mit angelegter Spannung [Jua01].

Das Doppelmuldenpotenzial kann das System nicht mehr beschreiben, wenn nicht nur die nächsten Nachbarn betrachtet werden, sondern auch Einflüsse von übernächsten Nachbarn mitberücksichtigt werden sollen. Diese zusätzlichen Beiträge wirken sich in Abhängigkeit ihrer Entfernung auf die Höhe des Potenzials aus. Es folgt, dass das Modell des Doppelmuldenpotenzials erweitert werden muss.

Snoek-Peak

Sind in einem kubischraumzentrierten (krz) Kristall (z.B. Cr, Mn, Fe) interstitielle Fremdatome (z.B. H, C, N, O) gelöst, führen diese zu aniso-

tropen Gitterverzerrungen. Man spricht von einem Snoek-Effekt², wenn die Relaxation durch eine spannungsinduzierte Diffusion dieser Zwischengitteratome verursacht wird. Bei kubischraumzentrierten Kristallgittern, wie z.B. bei α -Eisen, können sich solche Fremdatome auf Oktaederzwischengitterplätzen befinden, wie in Abbildung 2.8 und 2.9 a gezeigt. Die gebildeten Oktaeder der jeweiligen Oktaederzwischengitterplätze sind geometrisch nicht regulär. Verdeutlicht wird dies durch die unterschiedlichen Abstände eines Zwischengitterplatzes zu einem Gitterplatz eines Oktaeders. Es sind sowohl Abstände von $a/2$ als auch $a/\sqrt{2}$ möglich. Ein hier sitzendes Fremdatom generiert ein elastisches, von der Kugelsymmetrie abweichendes Verzerrungsfeld, welches als elastischer Dipol angesehen werden kann (Abb. 2.8). Beim Anlegen einer Zug- bzw. Druckspannung kann es zu Änderungen der Position der Matrixatome kommen, die wiederum den elastischen Dipol eines interstitiell gelösten Fremdatoms dazu veranlassen können auf einen benachbarten Zwischengitterplatz zu springen.

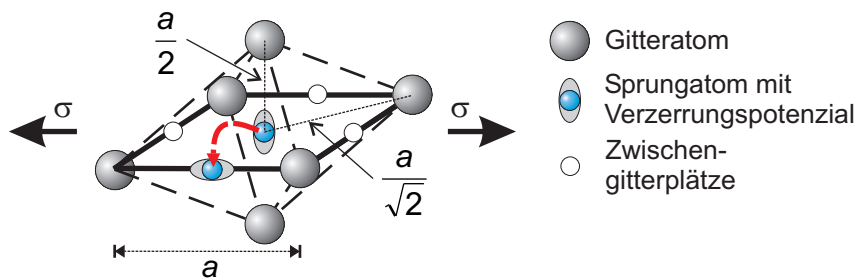


ABB. 2.8: Interstitiell gelöstes Fremdatom auf einem Oktaederzwischengitterplatz mit angelegter Spannung σ .

Dieser Sprung wird sich dann ereignen, wenn es für das Fremdatom auf diesem Zwischengitterplatz energetisch günstiger ist. Dabei ist die Dipolachse des Sprungatoms längs des Spannungsfeldes ausgerichtet (Reorientierung). Für solch ein kombiniertes Verhalten aus Sprung und Reorientierung ist eine im Vergleich zur Matrix niedrigere Symmetrie des Defekts Voraussetzung. Beschrieben wird die Defektsymmetrie durch die jeweilige Punktsymmetrie des Platzes, auf dem der Defekt lokalisiert ist. Da die Oktaederzwischengitterplätze des kubischraumzentrierten Kristalls eine tetragonale Defektsymmetrie besitzen [Kin83], und so die Defektsymmetrie eines interstitiell gelösten Fremdatoms niedriger ist

²1938 von Richter entdeckt und 1940 von Snoek gedeutet.

als die kubische Symmetrie der Matrix, wird ein Reorientierungssprung ermöglicht. Die Relaxationsstärke Δ ist proportional zur Konzentration c und entspricht der „Dipolstärke“ λ (Verzerrungstensor eines Punktdefektes) [Sin04]:

$$\Delta \propto \frac{(\delta\lambda)^2 c}{k_B T} \quad (2.22)$$

Für die Relaxationszeit gilt in Analogie zu Diffusionsprozessen:

$$\tau = \alpha \frac{a^2}{D} = \tau_0 e^{\frac{G}{k_B T}} \quad (2.23)$$

wobei α von der Gittergeometrie bestimmt ist ($\frac{1}{36}$ bei Oktaederplätzen oder $\frac{1}{72}$ bei Tetraederplätzen), a Gitterkonstante, D Diffusionskoeffizienten, τ_0 eine typische Relaxationszeit (im Grenzfall $G = 0$) und G die Aktivierungsenergie bezeichnet.

Gelöste Fremdatome im krz Gitter können sich sowohl auf Oktaeder- als auch auf Tetraederzwischengitterplätzen (Abb. 2.9) niederlassen.

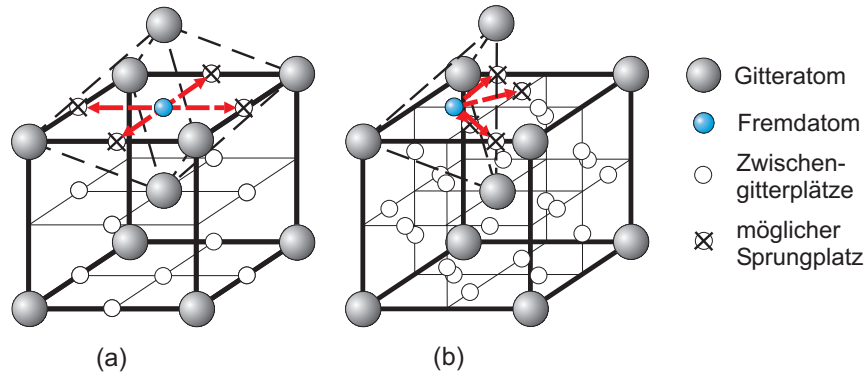


ABB. 2.9: Atomares Modell für die Snoek-Relaxation (nach [Wel01]) in kubisch-raumzentrierten Metallen mit Zwischen-gitteratomen auf:

(a) Oktaederplätzen (b) Tetraederplätzen

Beide haben eine *tetragonale* Defektsymmetrie, d.h. dass anhand der Anisotropie des Snoek-Effekts nicht zwischen diesen beiden interstitiellen Besetzungen unterschieden werden kann.

Der Snoek-Effekt wird zur Messung interstitieller Diffusion in kubisch-raumzentrierten Metallen benutzt. Besonders zu beachten ist, dass sich nur in (fester) Lösung befindliche Anteile der Zwischen-gitteratome im Relaxationsprozess zeigen, also z.B. nicht die in Carbiden gebundenen

Kohlenstoffatome. Es lässt sich darüber hinaus die Konzentration und die Art der gelösten Atome mit sehr hoher Empfindlichkeit nachweisen, da sowohl die Peakhöhe als auch die Peakposition von der Konzentration und Art der gelösten Atome abhängt.

Daher eignet sich der Snoek-Effekt gut zur Analyse von interstitiell gelösten Fremdatomen. Dadurch können Aussagen über Ausscheidungs-, Alterungs- und Spannungsalterungsprozesse getroffen werden. Da der Effekt stark von der Orientierung des Kristalls abhängt, ist darauf zu achten, dass bei Einkristallen die kristallographische Ausrichtung berücksichtigt wird.

Finkelshtein-Rosin-Peak

Aufgrund des symmetrischen Spannungsfeldes in kubischflächenzentrierten (kfz) Metallen produzieren einzelne Zwischengitteratome keine innere Reibung. Trotzdem wird in kfz Austenit ein Relaxationspeak gefunden, an dem Kohlenstoff beteiligt ist. Er wird Finkelshtein-Rosin-Peak³ (FR) genannt und ist dem Snoek-Effekt sehr ähnlich. Es handelt sich hier aber nicht um ein einzelnes Atom, sondern um eine Kombination aus Zwischengitter-Zwischengitter bzw. Zwischengitter-Substitutions-Atom. Plastische Verformung in fcc Stahl zeigt einen bedeutsamen Einfluss auf die innere Reibung an der Position der FR-Peaks. Im Allgemeinen steigt die Höhe und die Breite dieses Peaks und die Hintergrunddämpfung nimmt zu, wobei die Peaktemperatur stabil bleibt oder verkleinert wird.

X-Peak

Der X-Peak ist ein neu gefundener Effekt, der sich in einigen Fe-Al-Legierungen zeigt⁴. Die Beschreibung des Effekts ähnelt der des Snoek-Effekts, jedoch er hat eine höhere Aktivierungsenergie als der Snoek-Peak. Daraus lässt sich schließen, dass es sich hier nicht um einen reinen Fremdatomsprung handeln kann. Es handelt es sich hier nicht um ein Fremdatom, sondern höchst wahrscheinlich um einen Komplex aus Leerstelle und interstitiellem Fremdatom. Es müssen in der Legierung zwei Voraussetzungen gelten. Erstens müssen interstitielle Fremdatome

³1953 von Finkelshtein und Rosin in Austenit (525-575 K bei $f = 1 \text{ Hz}$) gefunden [RF53].

⁴1996 von Rokhmanov gefunden und später von Damson et al. 1998, Golovin et al. 2000, Nagy 2002 und Strahl 2002 bestätigt und von Golovin gedeutet.

vorhanden sein und zweitens Leerstellen. Trifft nun ein Fremdatom auf eine Leerstelle, dann kommt es zur Bildung des Leerstellen-Fremdatom-Komplexes (LFK). In Abbildung 2.10 wird anhand eines krz Kristalls ein solcher Komplex dargestellt.

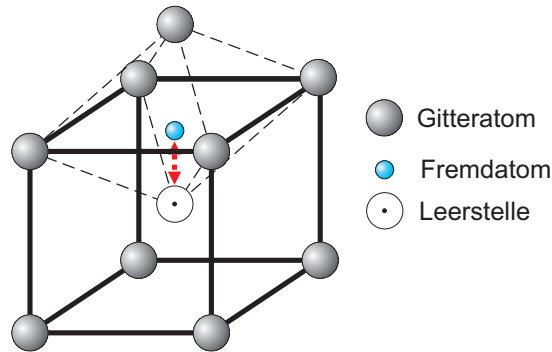


ABB. 2.10: Atomares Modell für ein LFK-Komplex in kubischraumzentrierten Metallen.

Auf den genauen Relaxationsmechanismus und eine Untermauerung dieser Annahmen wird im experimentellen Teil dieser Arbeit eingegangen.

Zener-Peak

Der Zener⁵-Effekt wird durch die Ausrichtung von substitutionellen Atompaaren in Spannungsrichtung oder senkrecht dazu verursacht. Der hier ebenfalls auftretende Dipol bedingt den Sprung. Das Mischkristallpaar richtet sich dabei in Richtung der angelegten Spannung aus (Abb. 2.11). Der Zener-Effekt ist durch die Diffusion der Mischkristallatome bestimmt. Prinzipiell gehorcht die Relaxationsstärke ebenfalls Gleichung (2.22), falls c die Konzentration der elastischen Dipole bezeichnet. Darüber hinaus wird eine *quadratische* Abhängigkeit der Relaxationsstärke von der Konzentration erwartet, da die Konzentration der *Atompaare* für kleine Konzentrationen C_m der Mischkristallatome proportional C_m^2 ist [Rie94]. Bei höheren Konzentrationen kann näherungsweise eine Abhängigkeit von $\sim C_m^2(1 - C_m)^2$ angenommen werden [SN61]. In hochlegierten Metallen spricht man nicht mehr von spannungsinduzierter Umordnung von Mischkristallen sondern von einer spannungsinduzierten Nahordnung [CL54]. Hierzu entwickelten LeClaire und Lomer eine Theorie, in der die Gitteratome und Fremdatome nicht mehr einzeln, sondern als gleichberechtigte Atomsorten einer binären Legierung

⁵1943 von Zener in α -Messing ($Cu_{70}Zn_{30}$) entdeckt [Rie94].

betrachtet werden. Anstatt einzelne Atompaare zu verwenden benutzt diese Theorie Nahordnungsparameter. Diese sind bestimmt durch die Anzahl der Bindungen zwischen nächsten Nachbarn der gleichen Atomsorte. Die Parameter sind unter Anwesenheit einer Spannung richtungsabhängig: Im spannungsfreien Zustand tritt keine bevorzugte Richtung für die einzelnen Bindungen auf. Unter mechanischer Spannung können bestimmte Richtungen für die Bindung zwischen gleichen Nachbaratomen bevorzugt werden. Nach dem Prinzip von LeChatelier und Braun⁶ werden sich die Atome so umordnen, dass sie die günstigeren Bindungen eingehen.

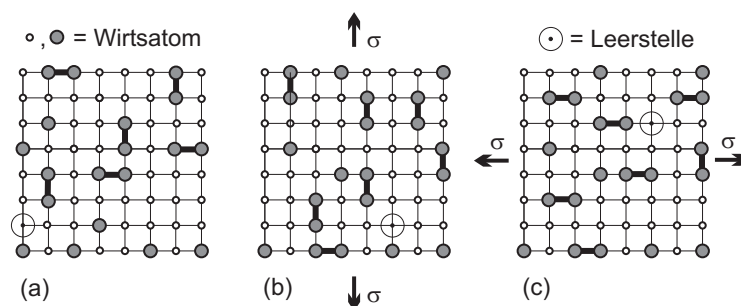


ABB. 2.11: Zener-Effekt in Legierungen:

- (a) ohne Spannung
- (b) mit Zugspannung in vertikaler Richtung
- (c) mit Zugspannung in horizontaler Richtung

Die Abbildung 2.11 veranschaulicht diesen Sachverhalt für ein zweidimensionales Modell einer binären Legierung. Für die beiden Atomsorten werden dabei deutlich unterschiedliche Größen angenommen. Betrachtet man die Bindungen zwischen den größeren, dunkel gezeichneten Atomen, so stellt man fest, dass im spannungsfreien Zustand (Abb. 2.11 a) etwa gleich viele Bindungen in horizontaler wie in vertikaler Richtung auftreten. Legt man nun eine Zugspannung in vertikaler Richtung an (Abb. 2.11 b), führt dies dazu, dass die Bindungen zwischen den größeren Atomen in vertikaler Richtung energetisch günstiger werden. Infolgedessen bilden sich jetzt deutlich mehr Bindungen in vertikaler als in horizontaler Richtung aus. Legt man eine Spannung in horizontaler Richtung an, richten sich die Atompaare in dieser Richtung aus (Abb. 2.11 c). Die Mechanismen, die zu solch einer Umordnung beitragen können, sind unterschiedlichster Art. Als Beispiel können Leerstellenmechanismen auftreten, bei denen vorhandene Gitterleerstellen als Sprungvehikel dienen,

⁶Prinzip des kleinsten Zwanges

wie in Abbildung 2.11 angedeutet. Die rechte Leerstelle ist nach Anlegen einer Spannung nach links und dann nach oben gelaufen und hat dabei zur Ausrichtung der Paarachsen beigetragen. Der Zener-Peak hat recht hohe Aktivierungsenergien, da hier ein großes Aktivierungsvolumen beteiligt ist.

2.4.2 1D Effekte

Neben den besprochenen Punktdefektrelaxationen beobachtet man häufig in realen Kristallen auch Relaxationen, die mit Versetzungen, also linienhaften Defekten, verknüpft sind. Falls es in einem Festkörper zu einer Versetzungsbewegung kommt, ist diese auch immer mit einer mikroskopischen Scherung ('Abgleitung') und damit einer plastischen Verformung der Probe verbunden. Auf Grund der Kristallperiodizität befinden sich Versetzungen in einem periodischen Potenzial, welches Peierlspepotenzial genannt wird. Versetzungslinien können an unbeweglichen Ankerpunkten festgehalten werden. Wird eine Spannung an den Kristall angelegt, so wirkt auf die Versetzung eine „Kraft“, deren zur Versetzungslinie senkrechte Komponente ein Ausbauchen der Versetzungstücke zwischen den Ankerpunkten bewirkt.

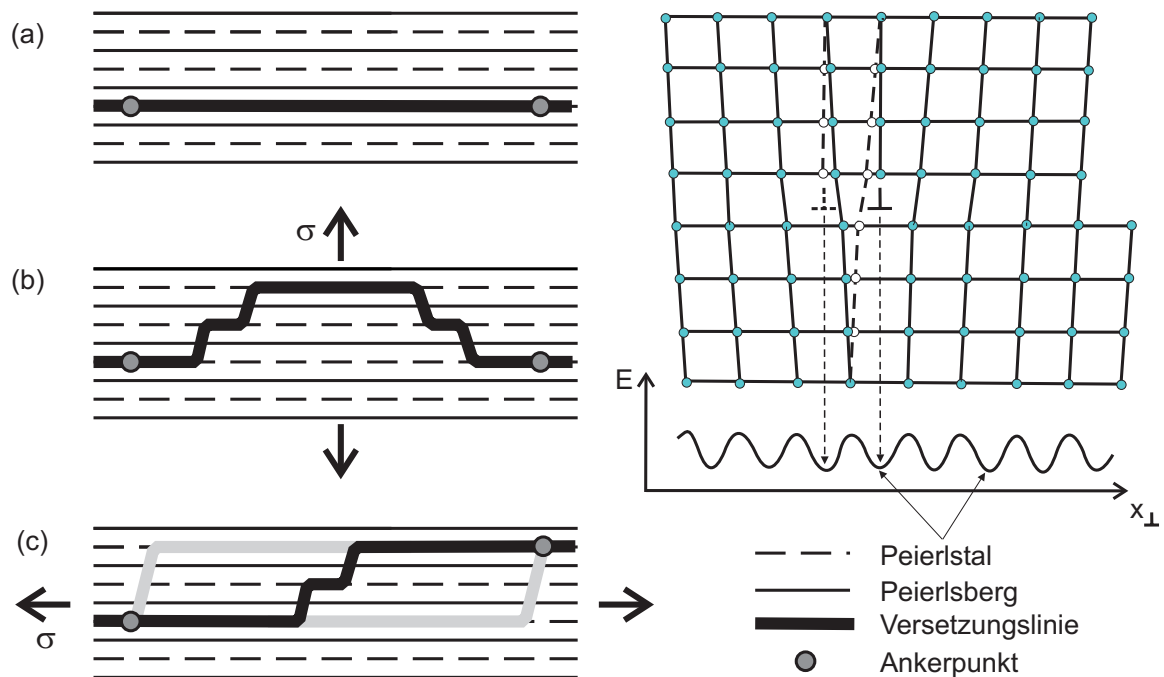


ABB. 2.12: Verlauf einer Versetzungslinie:
(a) ohne Spannung (b) und (c) mit äußerer Spannung

Im spannungsfreien Fall (Abb. 2.12 a) kann eine Versetzung vollständig entlang eines Peierlstals verlaufen, sofern dies die Ankerpunkte zulassen. Dagegen verlaufen beim Anlegen einer Spannung (Abb. 2.12 b) einzelne Segmente der Versetzungslinie in verschiedenen Peierlstälern. Eine Kink bezeichnet den Übergang der Versetzungslinie von einem Peierlstal in ein benachbartes Tal. Ein Kinkpaar mit entgegengesetztem Vorzeichen wird erzeugt, wenn ein kurzes Versetzungsstück einen Peierlsberg überwindet. Unter dem Einfluss einer äußeren Spannung bewegen sich die Kinken auseinander und wandern auf die Ankerpunkte zu, so dass es zu einer Ausbauchung der Versetzung kommt.

Die dabei überstrichene Fläche F bestimmt die Größe der Abgleitung:

$$a = \tan \varphi = b \cdot \frac{F}{V_{\text{Kristall}}} \quad (2.24)$$

b ist der Burgers-Vektor, V_{Kristall} entspricht dem Kristallvolumen. Wenn die Ankerpunkte nicht in derselben Gitterebene liegen, enthält die Versetzung einzelne sog. „geometrische“ Kinken, die sich bei Anlegen einer (relativ kleinen) äußeren Spannung zur Seite bewegen (Abb. 2.12 c).

Die Bildung von Kinkpaaren gemäß Abbildung 2.12 b erfolgt thermisch aktiviert, so dass bei endlichen Temperaturen stets Kinkpaare im thermodynamischen Gleichgewicht vorliegen. Aus der Verringerung der Aktivierungsenergie G bei äußerer Spannung σ ergibt sich das Aktivierungsvolumen $V = \left(-\frac{\delta G}{\delta \sigma}\right)_T$ der Kinkbewegung. Im spannungsfreien Zustand tritt keine bevorzugte Ausbauchungsrichtung auf. Beim Anlegen einer periodischen Spannung erfolgt eine Ausbauchung der Versetzung in entgegengesetzten Richtungen (Abb. 2.12 b & c). Bei Kristallen mit großem Peierlspotenzial, wie z.B. Diamant, aber auch krz Kristallen für \odot -Versetzen ist demnach die Versetzungsbewegung als Erzeugung und Bewegung von Kinken zu beschreiben. Bei Kristallen mit kleinem Peierlspotenzial (kubischflächenzentrierte Kristalle) sind die Kinken so weit ausgeschmiert, dass eine Näherung ausreicht, in der die Versetzung als eine schwingende Saite (Linienspannung entspricht der Linienenergie der Versetzung) aufgefasst werden kann. Nach diesem Modell [NB72] ergibt sich eine Relaxationsstärke Δ der Versetzung von:

$$\Delta \propto \Lambda \bar{L}^2 \quad (2.25)$$

Λ entspricht der Versetzungslänge pro Volumeneinheit und \bar{L} dem mittleren Abstand der Ankerpunkte. Bei sehr reinen Metallen erhält man

eine relativ große Relaxationsstärke, da sie proportional zum Quadrat des mittleren Abstandes der Ankerpunkte ist. In verdünnten substitutionellen Legierungen, in denen Fremdatome oft als Ankerpunkte fungieren, erwartet man hingegen nur sehr geringe Relaxationsstärken.

Bordoni/Niblett-Wilks-Peak

In verformten kubischflächenzentrierten Metallen treten im Temperaturverlauf zwei eng benachbarte Tieftemperaturdämpfungspeaks auf, die durch reine Versetzungsrelaxation d.h. Kinkerzeugung und -bewegung verursacht werden. Das bei höheren Temperaturen gelegene Maximum wird Bordoni-Peak⁷ [Bor49], das Maximum bei tiefen Temperaturen wird Niblett-Wilks-Peak⁸ [NW60] genannt.

Der Bordoni-Peak wird der Relaxation von Schraubenversetzungen und der Niblett-Wilks-Peak der Relaxation von Stufenversetzungen zugeordnet [Hau93]. Die Aktivierungsenergie für beide Effekte ist sehr gering. Entsprechende Bordoni-Peaks in krz Metallen werden manchmal für Stufenversetzungen als α_2 ⁹ und für Schraubenversetzungen als γ -Peak bezeichnet. Dem höheren Peierlspotenzial entsprechend, treten sie in der Nähe der Raum-Temperatur (RT) auf. Weitere Bordoni ähnliche Peaks sind der nur in krz Metallen vorkommende α_1 -Peak, der durch eine geometrische Bewegung von Kinken hervorgerufen wird.

Wechselwirkung zwischen Punktdefekten und Versetzungen

Die Hauptursache für versetzungsbedingte Dämpfung stellt die Wechselwirkung zwischen Punktdefekten und Versetzungen dar. Diese Punktdefekte können Verunreinigungen oder auch Matrixatome sein. Durch eine Wechselwirkung zwischen Punktdefekten auf Gleitebenen und Versetzungen werden langreichweitige Effekte erzeugt. Hat der beteiligte Punktdefekt eine andere Größe als der Gitterplatz - was eigentlich immer der Fall ist - so kommt es zu einer lokalen elastischen Verzerrung des Gitters [Ben01a]. Die Ursache der Verzerrung wird Größeneffekt genannt. Ein Moduleffekt liegt vor, wenn die elastischen Konstanten des Punktdefektes (d.h. die Bindungsstärken zu den Nachbarn) sehr unterschiedlich

⁷1949 von Bordoni in Kupfer entdeckt. $H = 0,1$ bis $0,15$ eV

⁸1956 von Niblett-Wilks in Kupfer bei $T \approx 80$ K entdeckt.

⁹1960 von Brunner, Chamber und Schultz gefunden und als α (Bordoni) und β (Niblett-Wilks) bezeichnet, bei 1 Hz, 100 K und 220 K - $H_\alpha \approx 0,25$ eV und $H_\beta \approx 0,45$ eV

zu denen der Matrix sind und hierdurch eine lokale Variation der elastischen Eigenschaften des Gitters auftritt. Anisotrope Effekte können auftreten, wenn der Punktdefekt eine anisotrope elastische Verzerrung des Gitters bewirkt. Dies ist z.B. bei interstitiellen Verunreinigungen der Fall [QG89].

Bei kurzreichweitigen Wechselwirkungen ist die elektronische Struktur der Auslöser für die auftretende Kraft zwischen Punktdefekt und Versetzung. Es können nur Punktdefekte interagieren, die sehr nahe an der Gleitebene der Versetzung liegen. Die dadurch auftretende Dämpfung ist dann amplitudenabhängig. Die beteiligten Mechanismen können z.B. das Mitführen von Punktdefekten mit der Versetzung, falls es ihre Diffusionsmobilität zulässt, oder das Losreißen einer Versetzung von Punktdefekten sein. Dieser Dragging-Mechanismus wird in Abbildung 2.13 skizziert, das Losreißen in Abbildung 2.14.

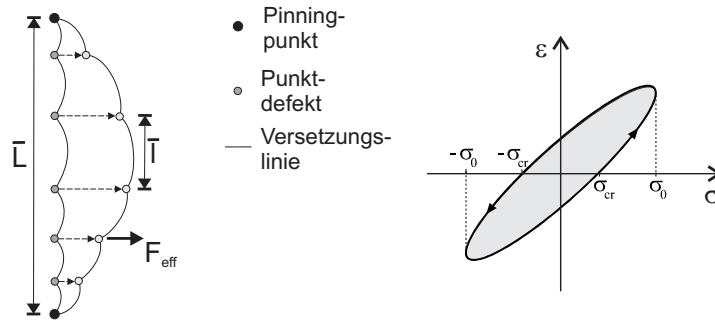


ABB. 2.13: Dragging-Mechanismus - Bewegung von Punktdefekten durch Versetzungen.

Eine auf eine gepinnte Versetzung wirkende Spannung σ erzeugt eine Wölbung der Versetzungslinie. Die entstehende Kraft auf einen mobilen Punktdefekt lässt diesen langsam in Richtung der Wölbung der Versetzungslinie wandern. Durch das Mitführen der Punktdefekte ist die Hysteresekurve weicher als bei den beiden folgenden Effekten. Die auf jeden Punktdefekt ausgeübte Kraft ergibt sich aus: $F_{eff} = b\bar{l}\sigma$, wobei b dem Burgersvektor und \bar{l} dem mittleren Abstand zwischen Punktdefekten entspricht. Die zugehörige Relaxationsstärke ist gegeben durch

$$\Delta = \frac{\rho b^2 \bar{L}^2 E}{12\gamma}, \quad (2.26)$$

mit Versetzungsdichte ρ und Linienspannung $\gamma \approx \frac{\mu b^2}{2}$ (in grober Näherung) eines fest gepinnten Versetzungsbogens der mittleren Länge \bar{L}

[Gre01]. Aufgrund der statistischen Verteilung der Punktdefekte pro Versetzungssegment kommt es zu einer Verbreiterung des Relaxationspeaks, der dann aus mehreren Debye-Peaks aufgebaut ist. Bei einer hinreichend großen Spannung und unbeweglichen Punktdefekten auf dem Versetzungssegment zwischen zwei Ankerpunkten, kann es zu einem Abreißen der Versetzungslinie kommen. Dies ist in Abbildung 2.14 skizziert.

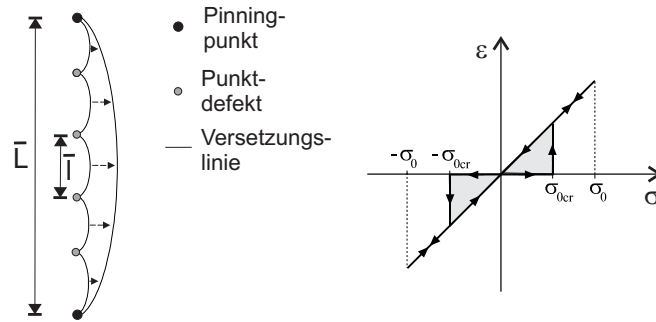


ABB. 2.14: Losreiß-Mechanismus - Abreißen von gepinnten Versetzungen.

Dieser meist thermisch aktivierte Prozess erfolgt dann, wenn die Amplitude σ_0 der periodisch angelegten Spannung größer wird als ein kritischer Ablösewert σ_{cr} , der von der Hinderniskraft und der Segmentlänge abhängt. In der Hystereseschleife kommt es zu einer plötzlichen Zunahme der Dehnung, da die Versetzungslinie von einem gepinnten in einen freien Zustand übergeht. Die Effektstärke Δ ist wieder gegeben durch Gleichung 2.26. Die Dämpfung ist amplitudenabhängig und lässt sich unter der Berücksichtigung der statischen Verteilung der Hindernisse auf dem Versetzungssegment angeben. Der Dämpfungspeak ist glatt und aus einer kontinuierlichen Verteilung von individuellen Dämpfungskurven zusammengesetzt.

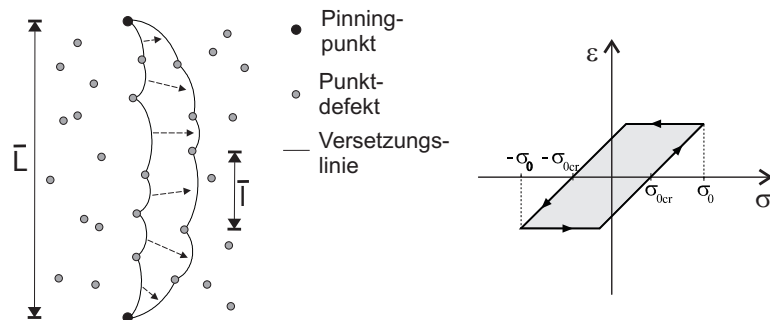


ABB. 2.15: Depinning-Pinning-Mechanismus.

Bei hinreichender Konzentration von Fremdatomen kann es im Verzerungsfeld der Versetzungen zu einer „Wolke“ von Fremdatomen kommen („Cottrell-Wolke“). Sind diese Punktdefekte immobilisierter Natur und auf der Gleitebene der Versetzung, so bewegen sich die Versetzungssegmente bei hinreichend großer Spannung durch aufeinander folgendes Depinning und Pinning [QG89] (Abb. 2.15). Die Versetzungssegmente springen von einem unbeweglichen Punktdefekt zum nächsten. Dieser Bewegungsmechanismus findet statt, wenn die Amplitude σ_0 der angelegten Spannung größer wird als die zum Depinning der Versetzung kritischen Amplitude σ_{cr} . Die Hysteresekurve besteht aus zwei Geraden, deren Steigung durch die Linienspannung auf dem Versetzungssegment gegeben ist und zwei waagerechten Abschnitten, deren Länge von der kritischen Spannungsamplitude σ_{cr} abhängt.

Bei höheren Temperaturen kann es zur diffusionsartigen Bewegung der Pinningpunkte kommen, so dass die Versetzung die Cottrell-Wolke mitzieht. Dieser Mechanismus spielt beim PLC-Effekt eine Rolle [Klo04]. Im Versetzungskern beweglicher Fremdatome und ihre Wechselwirkung mit den Versetzungskinken wurde von Ke und Fang behandelt [KF96], [FK96], [Fan97].

Hasiguti-Peak

Als Hasiguti-Peaks¹⁰ werden eine Reihe von Tieftemperatur-Peaks bezeichnet, die alle mit Versetzungen und Eigenpunktdefekten in Verbindung gebracht werden können. Bei den Hasiguti-Peaks handelt es sich wahrscheinlich um eine Kombination aus den vorher besprochenen Dragging-, Losreiß- und Depinning-Pinning-Mechanismen.

Snoek-Köster-Peak

Die Snoek-Köster-Relaxation wird auch Kaltumformungspeak (engl. cold-work-peak) genannt. Es handelt sich um eine kombinierte Relaxation von Versetzungen und Punktdefekten, die nach hinreichender Verformung, also erhöhter Versetzungsdichte, auftritt. Voraussetzung für eine solche Relaxation sind bewegliche Punktdefekte, z.B. interstitielle Verunreinigungen durch leichte Elemente. Diese Punktdefekte wechsel-

¹⁰1962/63 von Hasiguti in Kupfer entdeckt. $H = 0,3$ bis $0,43$ eV

wirken über ihre lokalen Verzerrungen mit dem Spannungsfeld der Versetzung. In bestimmten Gebieten der Versetzung, wie z.B. unterhalb der eingeschobenen Halbebene bei Stufenversetzungen, hat die Wechselwirkung anziehenden Charakter. Hier kann eine Wolke von Punktdefekten (Cottrell-Wolke) entstehen. Wird eine äußere Spannung angelegt, kommt es zu einer Ausbauchung der Versetzung (Abb. 2.16). Die Reorientierung der Punktdefekte im Verzerrungsfeld der Versetzung erzeugt eine amplitudenunabhängige Dämpfung, wenn die Versetzung sich nicht bewegt; Sie kann aber mit höherer Spannung amplitudenabhängig werden, wenn sich die Versetzung bewegt und es zu Dragging oder sogar Losreißen der Versetzungslinie kommt.

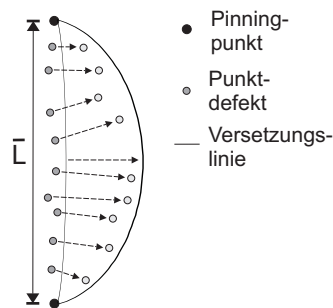


ABB. 2.16: Snoek-Köster-Peak

Die Versetzungsstücke bauchen zonenhaft zwischen den unbeweglichen Ankerpunkten aus. Dabei werden die Plätze der beweglichen Punktfehler energetisch ungünstiger, so dass sie nach dem Prinzip von LeChatelier und Braun der Versetzung zu folgen versuchen. Falls die Punktfehlerbeweglichkeit kleiner als die der Versetzungsstücke ist, wird die Relaxation der Versetzung durch das Nachziehen der Cottrell-Wolke behindert.

D-Peak

In dieser Arbeit werden einige Peaks, die bei tiefen Temperaturen auftauchen, als D-Peak bezeichnet, deren Eigenschaften mit den oben dargestellten Effekten zusammenhängen. Die Bezeichnung soll einen Versetzungs- und Verformungs-Effekt (engl. **d**islocation und **d**eformation) kennzeichnen. Es ist noch nicht klar, ob der D-Peak einem einzelnen der oben beschriebenen Mechanismen zugeordnet werden kann oder durch einer Kombination von Effekten hervorgerufen wird. Wie sich im Laufe der Untersuchung herausstellte handelt es sich bei D-Peak nicht nur

um einen Peak sondern um eine Familie von Peaks die bei ähnlichen Aktivierungsenergien auftauchen. Es ist wahrscheinlich, dass einige dieser D-Peaks dem Hasiguti-Mechanismus zugeordnet werden können, die Notation als D-Peak wurde aber beibehalten.

2.4.3 2D und 3D Effekte

Als letzte Gruppe der Beschreibung der möglichen Mechanismen inneren Reibung sollen die 2D und 3D Effekte genannt werden. Hier handelt es sich um Effekte, bei denen größere Bereiche des Kristalls betroffen sind, also solche, die nicht lokal (0D Effekt) oder linienhaft begrenzt (1D-Effekt) wirken.

Phasengrenzen

Bei einem Phasenübergang kann es zu einer Änderung der Dämpfung kommen. Beginnt die Phasenänderung in abgegrenzten Bereichen (Domänen) und ist der Phasenübergang mit einer Volumenänderung, z.B. Umwandlung der Kristallstruktur verbunden, kommt es zu einer Änderung des E-Moduls. Zusätzlich führt bei einer Volumenänderung die hydrostatische Spannungskomponente zu einer Änderung der Kinetik der Phasenumwandlung und damit ebenfalls zu einer Änderung im Dämpfungsverhalten. Häufig ist ein Phasenübergang nicht thermisch aktiviert. In diesem Fall verhält sich der zugehörige Dämpfungspeak unabhängig von der Frequenz und tritt bei einer festen Übergangstemperatur auf.

Korngrenzen

Bei hinreichend hohen Temperaturen kann es durch das Gleiten der Korngrenzen in polykristallinen Materialien zu einer anelastischen Dämpfung kommen. Dieser Mechanismus kann als thermisch aktiviert angenommen werden, häufig ist Versetzungsbewegung beteiligt. Korngrenztripelpunkte sind als fest anzusehen. Dies führt bei einer Bewegung der Korngrenzen zu einer inhomogenen Spannungsverteilung. Sind die Körner hinreichend klein und sind ihre Korngrenzen uneben, so kann Diffusion im Inneren der Körner bzw. Diffusion entlang der Korngrenzen zum Korngrenzgleiten beitragen.

Thermoelastischer Effekt

Der thermoelastische Effekt tritt auf, wenn in einem Festkörper eine inhomogene Belastung auftritt (z.B. bei einer Biegung). Hierdurch kommt es innerhalb des Materials zu einer Änderung der Dehnungs-, Spannungs- und Temperaturgradienten. Der Temperaturgradient wird zum Teil durch einen Wärmestrom kompensiert, d.h. es stellt sich ein verzögertes Temperaturgleichgewicht ein. Dies hat aber eine weitere zusätzliche Dehnung zur Folge.

Bei einer angelegten Zugspannung, wird die Temperatur eines Festkörpers um

$$\Delta T = -\frac{\alpha T \Delta \sigma}{C_\sigma} \quad (2.27)$$

erniedrigt. C_σ ist die volumenbezogene spezifische Wärmekapazität bei konstanter Zugspannung σ und α der thermische Ausdehnungskoeffizient. Diese Temperaturänderung bewirkt eine Dehnungsänderung $\Delta \epsilon = -\alpha \Delta T$ und die Änderung der mechanischen Spannung eine Dehnung von $\epsilon_0 = \frac{\Delta \sigma}{E}$. Hieraus folgt eine gesamte Relaxationsstärke von:

$$\frac{\Delta \epsilon}{\epsilon_0} = \frac{\alpha^2 T E}{C_\sigma} \quad (2.28)$$

Es wird sich ein Temperaturgleichgewicht in der Probe einstellen. Der zeitliche Ablauf der mechanischen Relaxation wird direkt von dem zeitlichen Ablauf des Temperatúrausgleichs bestimmt. Die Anelastizität wird durch den thermoelastischen Effekt und somit durch intrinsische und damit wenig struktur- oder gefügeabhängige Größen bedingt, so dass sich der Effekt leicht abschätzen läßt.

Bei einem Biegebalken ergibt sich ein Debye-Peak (Gl. 2.16) mit einer Relaxationsstärke von:

$$\tan \varphi = \frac{E_U \alpha^2 T}{C_\sigma} \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (2.29)$$

Und einer Relaxationszeit von:

$$\tau = \frac{a^2}{\pi^2 D_{th}} \quad \text{mit} \quad D_{th} = \frac{\kappa_{th}}{C_\sigma} \quad (2.30)$$

Mit spezifischer Wärmeleitungs-konstante κ_{th} , Wärmekapazität C_σ pro Einheitsvolumen bei konstanter Spannung und der Probendicke a . Die thermoelastisch bedingte Anelastizität bei einem Biegebalken wird durch den Wärmefluss von der wärmeren, gestauchten Seite zur kälteren, gedehnten Seite der Probe hervorgerufen (vgl. Gorsky-Relaxation (Abb. 2.17) (Diffusion)).

Gorsky-Relaxation

Der Gorsky-Effekt [Gor35] entspricht einer durch Dehnung induzierten Bewegung von Atomen inhomogen verformten Objekten. Kommt es z.B. zu einer Biegung in Festkörpern, wandern einige Atome zu den Stellen, an denen der Atomabstand größer wird, hierdurch entsteht ein Diffusionsstrom (Abb. 2.17). Somit ist der Vorgang dem thermoelastischen Effekt verwandt. Der Gorsky-Effekt ist nur schwierig mit dynamischen Methoden zu messen, da hier ein steter Richtungswechsel des Diffusionsstroms durch kontinuierliche Änderung der Dehnung auftritt.

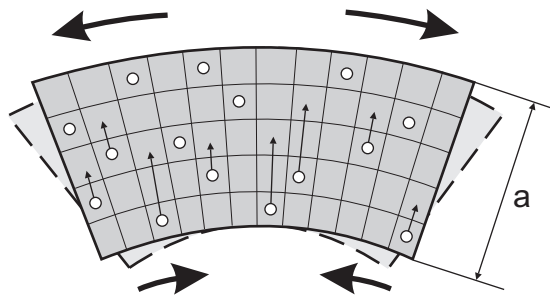


ABB. 2.17: Gorsky-Effekt

Mit der Gorsky-Relaxation lässt sich aber der Diffusionskoeffizient von schnell diffundierenden Zwischengitteratomen einfach messen, wie z.B. im Fall von Wasserstoffatomen. Darüber hinaus ist ein interkristalliner Gorsky-Effekt im Zusammenhang mit Wasserstoff bekannt, der von Sinning [Sin00] gefunden und beschrieben wurde.

Magnetische Effekte

Bei ferromagnetischen Materialien ändert sich die Größe des Probekörpers bei Anlegen eines Magnetfeldes. Das Resultat ist eine relative Dehnungsänderung, die als Magnetostriktion bezeichnet wird. Eine mechanische Spannung ändert umgekehrt die Magnetisierung des Materials. Die daraus resultierende Erniedrigung des E-Moduls wird ΔE -Effekt

genannt. Er ist wesentlich mit der Magnetostraktion verbunden und bewirkt bei periodischer Belastung einen beträchtlichen Verlust an mechanischer Energie, der sich in Form einer Dämpfung messen lässt. Diese Art der Dämpfung wird magnetomechanische Dämpfung genannt. Die relevanten Effekte werden im Folgenden skizziert.

Magnetostraktion

Die Drehung der magnetischen Momente in Richtung des angelegten Feldes ist die Ursache der Magnetostraktion. Durch das angelegte Feld wird der Zustand mit dem größten magnetischen Moment energetisch abgesenkt. Hiermit verbunden ist eine Änderung des mittleren Volumens, da sich die atomaren Bindungsabstände im Gleichgewicht geändert haben. Ferromagnetische Stoffe weisen eine spontane Magnetostraktion auf, die eine Folge der unterschiedlichen Ausrichtung der Domänen ist. In einer Domäne sind die magnetischen Momente infolge der Austauschwechselwirkung spontan ausgerichtet. Die Ausrichtung der Domänenmagnetisierung ist bei fehlendem äußeren Feld statistisch auf die leichten Richtungen verteilt. Nach außen verhält sich das Material magnetisch neutral. Zwischen den Domänen haben sich Blochwände gebildet, in denen ein kontinuierlicher Spinrichtungswechsel der Hauptspinausrichtungen benachbarter Domänen erfolgt. Durch das Anlegen eines Magnetfeldes ändert sich die mittlere Magnetisierung in Richtung des angelegten Feldes, indem Blochwände verschoben werden. Bei hohen Feldern wird zusätzlich die Magnetisierungsrichtung in den Domänen in Feldrichtung gedreht.

ΔE -Effekt

In einem ferromagnetischen Material, das einer Spannung ausgesetzt wird, müssen zusätzlich zu seiner elastischen Dehnung auch Anteile magnetostriktiver Dehnung berücksichtigt werden. Diese werden durch die Verdrehung der Magnetisierungsrichtung und die Verschiebung der Domänengrenzen hervorgerufen. Als ΔE -Effekt wird die hieraus resultierende Abnahme des E-Moduls bezeichnet. Der makroskopische ΔE -Effekt ist trivialerweise im magnetisch gesättigten Zustand gleich Null, d.h. wenn alle magnetischen Momente in eine Richtung zeigen, dann gibt es keine zusätzlich hervorgerufene Dehnung mehr. Ebenso tritt der Effekt im unmagnetischen Zustand nicht auf, da die Spannung (Tensor) keine

Änderung der Gesamtmagnetisierung (Vektor) bewirken kann, wenn sie gleich Null ist. Hingegen kann der mikroskopische ΔE -Effekt im unmagnetisierten Zustand ungleich Null sein, da eine äußere Spannung durch Verdrehen zweier Domänen (180° -Winkel) eine elastomagnetische Dehnung erzeugen kann, ohne zu einer Gesamtmagnetisierungsänderung beizutragen [Squ90].

Magnetomechanische Dämpfung

Spannungsinduzierte Magnetisierungs*änderung* können aufgrund magnetomechanischer Dämpfung nicht instantan auftreten. Dies lässt sich auf drei verschiedene Ursachen zurückführen: (1) makroskopische Wirbelströme, (2) mikroskopische Wirbelströme und (3) magnetomechanische Hysteresen. Die Gesamtmagnetisierung des Materials wird durch die anliegenden äußeren Spannungen beeinflusst. Die makroskopischen Wirbelströme und die Bewegung und Wechselwirkung der einzelnen Domänen erzeugen hingegen die mikroskopischen Wirbelströme. Die hysteretisch bedingte Dämpfung entsteht durch die irreversiblen Wandverschiebungen (Barkhausensprünge).

2.5 Aktivierungsenergien

Da Aktivierungsenergien (AE) ein zentrales Thema dieser Arbeit sind soll hier eine Begriffserklärung erfolgen und sollen drei Verfahren zur Bestimmung der Aktivierungsenergie vorgestellt werden.

Zur Bestimmung der Aktivierungsenergie aus dem Arrheniusplot werden die reziproken Temperaturen der Maxima der Peak bei verschiedenen Frequenzen aufgetragen. Verschieben sich die Peakmaxima mit höheren Frequenzen zu höheren Temperaturen, kann davon ausgegangen werden, dass es sich um einen thermisch aktivierten Prozess handelt. Die zugehörige AE kann mittels eines linearen Fits ermittelt werden. Verschieben sich die Maxima auf der reziproken Temperaturskala nicht, handelt es sich nicht um einen thermisch aktivierten Prozess. Ergibt sich aus dem Arrheniusplot keine Gerade, so kann davon ausgegangen werden, dass der Peak mehrere erzeugende (verwandte) Mechanismen aufweist, welche unterschiedliche AE besitzen. Als zweites Verfahren soll das Temperatur-Frequenz-Verschiebungs-Verfahren (TFV) vorgestellt werden. Es kann als Standard-Verfahren für die Bestimmung von Aktivierungsenergien

angesehen werden und ist aus der Idee des Arrheniusplots abgeleitet [NB72] (siehe auch Abschnitt 2.3 auf Seite 18). Die Methode analysiert die Verschiebung der Peakmaxima bei verschiedenen Frequenzen und Temperaturen [Jua01]:

$$G = \frac{R \cdot T_{m1} T_{m2} \ln \frac{f_{m2}}{f_{m1}}}{T_{m2} - T_{m1}}, \quad (2.31)$$

wobei R die universelle Gaskonstante bezeichnet. Für diese Methode müssen zwei Frequenzen gemessen werden. Da dies nicht immer möglich ist, kann zusätzlich das Marx-Wert-Verfahren (MWV) angewendet werden [WM53].

$$G = R \cdot T_m \ln \frac{k_B T_m}{h \cdot f_m} + T_m \Delta S. \quad (2.32)$$

Der Entropiebeitrag ΔS stellt einen empirischen Faktor dar. In [GPRM03] wird ein Wert für den S-Peak von $\Delta S = 1,1 \cdot 10^{-4} \frac{\text{eV}}{\text{K}}$ genommen. Dieses Verfahren ist nur mit Einschränkungen brauchbar, da sich der Entropiefaktor von Mechanismus zu Mechanismus unterscheiden kann.

Als bestes Verfahren kann der Arrheniusplot mit mindestens drei Frequenzen angesehen werden, als zweites das TFV und als unsicherstes das MWV, welches nur benutzt werden sollte, wenn die AE des Mechanismus mittels Arrheniusplot bestimmt wurde. Das MWV erweist sich in der Praxis als sehr praktikabel, da es eine schnelle Bestimmung der AE ermöglicht. Weitere Bestimmungsmöglichkeiten der AE finden sich bei J. San Juan [Jua01].

Kapitel 3

Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

3.1 Das Eisen-Aluminium System

Da Eisen ein sehr wichtiger Werkstoff für die metallverarbeitende Industrie ist, sind in der Vergangenheit viele Untersuchungen an ihm durchgeführt worden. Auch Legierungen aus Eisen und Aluminium werden häufig wegen ihrer günstigen Härte- und Korrosions-Eigenschaften verwendet (Heizleiter, Wärmetauscher, Fahrzeugbau, Flugzeugbau, Messer- und Schwertlegierung, etc.).

Das Eisen-Aluminium System bietet vielfältige Möglichkeiten interessante Phänomene hinsichtlich unterschiedlicher Strukturen, Kristallgitteranordnungen und Strukturmorphologien zu studieren.

Struktur

α -Eisen kristallisiert bei Raumtemperatur (RT) in einer kubischraumzentrierten (krz \equiv bcc) Struktur, wohingegen reines Aluminium eine kubischflächenzentrierte (kfz \equiv fcc) Symmetrie besitzt. Bei einer Legierung mit wenig Aluminiumanteil kristallisiert die Legierung in einer krz Struktur. Das Eisen behält somit seine krz Symmetrie, Aluminium-Atome besetzen dann Plätze des krz Eisengitters. Die beteiligten Atome haben einen unterschiedlichen Atomradius¹. Drei charakteristische, unterschiedlich geordnete Strukturen bilden sich aus, die in Abbildung 3.1 dargestellt sind, die zugehörigen Elektronenbeugungsbilder (die dicken

¹Atomradien: [HMS97]

$Fe \cong 124 \text{ pm}$; $Fe^{2+} \cong 74 \text{ pm}$; $Fe^{3+} \cong 64 \text{ pm}$

$Al \cong 143 \text{ pm}$; $Al^{2+} \cong 51 \text{ pm}$

Kreise entsprechen den Hauptreflexen, die feinen Kreise den Überstrukturefflexen. Der Strahl des Beugungsschemas zeigt in Richtung $[100]$ der Zonenachse.) sind unter den jeweiligen Strukturen dargestellt.

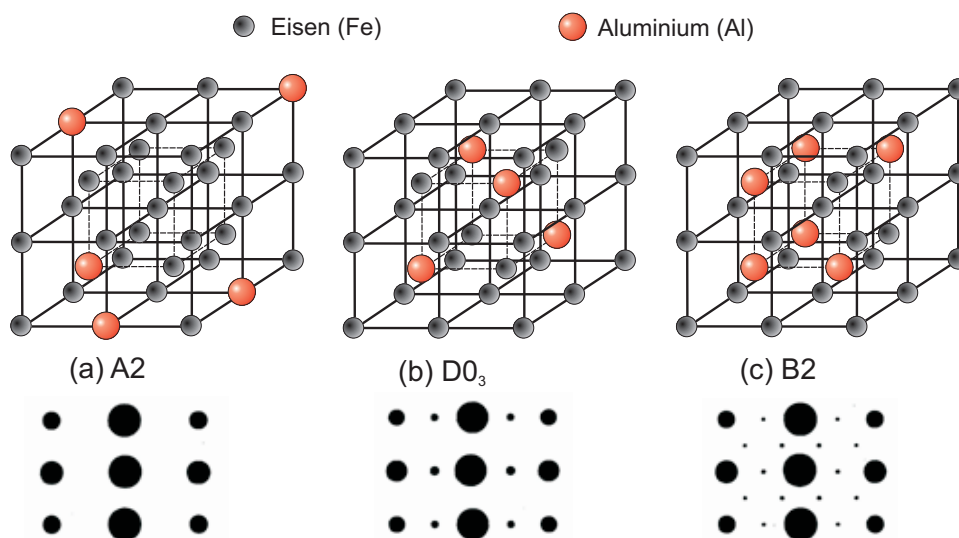


ABB. 3.1: Struktur & Elektronenbeugungsbild der Legierung Fe-Al:

- a) im ungeordneten A2-Zustand
- b) im geordneten $D0_3$ -Zustand (Stöchiometrie: Fe_3Al)
- c) im teilgeordneten B2-Zustand

Wird nur wenig Aluminium beigemischt, so werden die Aluminiumatome statistisch auf Plätze im krz Gitter verteilt und es entsteht die ungeordnete A2-Phase (Abb. 3.1 a). Die für die intermetallische Phase Fe_3Al typische $D0_3$ -Struktur bildet ein Supergitter mit vergrößerter Einheitszelle. Sie besteht aus zwei primitiv-kubischen ($pk \hat{=} sc$) Untergittern, die in Richtung der Raumdiagonalen um einen halben Gittervektor gegeneinander verschoben sind, so dass sich wieder raumzentrierte Zellen ergeben. Eine möglichst große Anzahl von ungleichen nächsten und übernächsten Nachbarn stellt sich ein (Abb. 3.1 b). Eines der pk Untergitter ist vollständig mit Fe besetzt, das zweite ist so besetzt, dass die Al-Atome möglichst weit voneinander entfernt sind. Im Gegensatz zur $D0_3$ -Struktur geht bei der B2-Struktur die Ordnung des teilbesetzten Al-Untergitters verloren (Abb. 3.1 c). Eine vollständige Besetzung des Al-Untergitters ist nur im stöchiometrischen $FeAl$ möglich.

Erfahrungsgemäß reagieren solche Legierungen sehr stark auf die Parameter der Wärmebehandlungen, wie z.B. Glüh Temperatur, Glühdauer, Abschrecken, Aufheiz- und Abkühlzeit.

Phasendiagramm

Die Legierung Eisen-Aluminium zeigt im Phasendiagramm (Abb.3.2) unterhalb eines Al-Gehaltes von 50 % die vorgestellten Strukturen (ungeordnet A2, teilgeordnet B2 und geordnet D0₃).

Fe-Al mit einer Al-Konzentration kleiner als ca. 12 at.% zeigt keine langreichweitige Ordnung, d.h. die Atome sind, wie in der A2-Struktur, statistisch verteilt. Zwischen 18 und 20 at.% Aluminium ($T_{max} = 790$ K) kommt es zu einer Mischung aus D0₃- und A2-Phasen [RPF65]. Bei ca. 850 K und 23 at.%Al soll es nach [KG80] ein Mischgebiet aus A2 und B2 geben. Die zwei Phasen Felder K_1 und K_2 existieren nur unter 680 K und werden als erster Schritt in Richtung Ordnung erklärt [Tho50], [Tho51], wobei K_1 auch möglicherweise B32-Struktur hat [BS96].

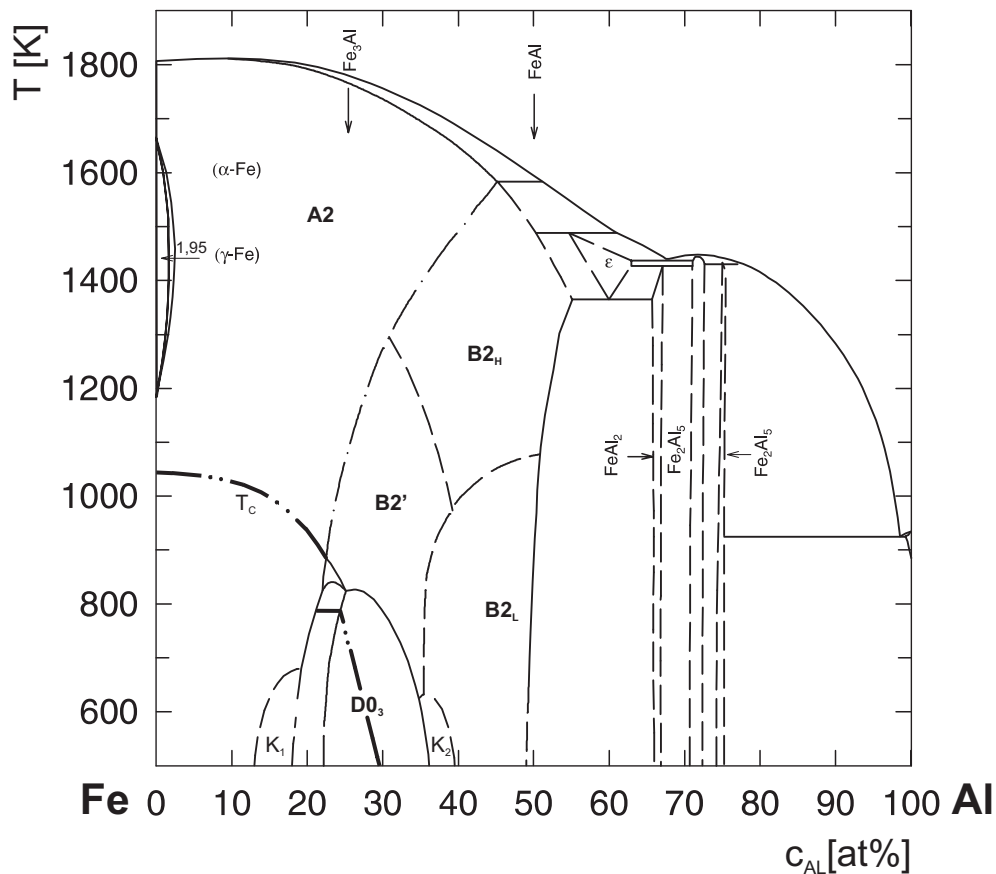


ABB. 3.2: Evaluiertes Fe-Al Phasendiagramm [KB93].

Bei einer Al-Konzentration zwischen 20 und 38 at.% bildet Fe-Al eine geordnete D0₃-Struktur, sie bleibt in der Stöchiometrie Fe_3Al thermisch am stabilsten (bis $T_{max} = 820$ K). Erst bei Temperaturen oberhalb 781 K

geht die geordnete $D0_3$ -Struktur in die teilgeordneten B2-Struktur über, wobei die Ordnung der Fe-Atome erhalten bleibt, die Ordnung der Al-Atome aber verloren geht. Der Übergang von $A2 \rightarrow D0_3$ ist ein Phasenübergang erster Ordnung [WL64], [Mor70]. Das B2-Gebiet ist dabei möglicherweise nicht homogen, sondern in eine Hoch- und eine Tieftemperaturmodifikation $B2_H$ bzw. $B2_L$ zu unterteilen, die sich in ihrem Ausdehnungskoeffizienten unterscheiden [KG80]. Zwischen 38 und 40 at.% existiert ein weiteres Mischgebiet, diesmal aus $D0_3$ - und B2-Phasen. Oberhalb 40 at.% Al stellt sich nur noch die teilgeordnete B2-Struktur ein, bis sie zur geordneten Stöchiometrie FeAl kommt. Die Übergänge $A2 \rightarrow B2$ [Kub82] und $D0_3 \rightarrow B2$ [BS96] sind jeweils von zweiter Ordnung.

Etwa ab einer 10%igen Al-Konzentration fällt die Curie-Temperatur-Kurve $T_c(c_{Al})$ steil ab und spaltet das A2 Gebiet in eine para- und ferromagnetische Phase. Bei einer 23%igen Al-Konzentration erfährt der Verlauf einen Knick, der zwischen 885K und 781K liegt. Die Curie-Temperatur nimmt im $D0_3$ -Bereich linear ab. Bei einer Al-Konzentration von 32% ($T_c=60$ K) kann davon ausgegangen werden, dass sich bei Raumtemperatur keine ferromagnetische Ordnung etabliert. Das so genannte doppelte Curie-Punkt-Phänomen entsteht durch die Koexistenz der ferro- und paramagnetischen Phase [Kub82].

Der Gitterabstand a steigt zwischen Fe (286,6 pm) und 9at.%Al (289,5 pm) linear an. Für Proben bei Raumtemperatur ist der Gitterabstand zwischen 19 und 30at.%Al relativ konstant (289,5 pm), ab Fe-30at.%Al steigt er gekrümmt bis auf 300 pm für Fe-50at.%Al [BJ32a], [BJ32b]. Die Erhöhung des Gitterabstandes mit der Temperatur verläuft bis zu 20at.% linear, danach gibt es einen Knick und der Anstieg wird flacher. Im Bereich von 20 bis 30at.%Al kommt es für geringe Temperaturen (bis 773 K) zu einem konstant bleiben des Gitterparameters, dieser Bereich entspricht der $D0_3$ -Ordnung im Phasendiagramm (Abb. 3.2) [LE61]. Für verformte Proben kommt es im $D0_3$ -Bereich zu einem Anstieg von a , der ab 35at.%Al wieder auf die Raumtemperaturkurve abfällt [TJ58].

Untersuchte Legierungen und Probenvorbehandlungen

Die meisten Proben wurden in Braunschweig am Institut für Metall- und Nukleare Festkörperphysik (IMNF)² hergestellt. Wenige andere kommen aus verschiedenen Quellen, wie Central Research Institute for Iron and Steel, Moskau (Russland) und dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf. Die in Braunschweig hergestellten Rohlinge wurden durch Zusammenschmelzen von reinem Eisen (99,98 Gew.% Vacofer S2, Vakuumschmelze Hanau) mit reinem Aluminium (99,999 Gew.% VAW) unter Ar-Schutzgasatmosphäre in einer Vakuumschmelzanlage (Fa. Balzers, Typ VSG02) durch Abguss in eine Kupferkokille hergestellt (siehe auch [Bri04]). Die Rohlinge haben typischerweise eine polykristalline Struktur und ein Volumen von $4 \times 9 \times 110 \text{ mm}^3$. Einigen Proben wurde Kohlenstoff (max. 0,1at.%) hinzugefügt, um eine Variation der Konzentration von C-Atomen zu erhalten. Weitere Verunreinigungen liegen im Bereich $\leq 100 \text{ ppm}$. Genauere Angaben aller beteiligten Proben sind im Anhang in Tabelle B.1 aufgeführt.

Für die Durchführung der Experimente mit der Vibrating-Reed-Technik wurden die Rohlinge mit einer Diamantblattsäge in Streifenform geschnitten, einige auch in Stimmgabelform (vgl. [Har99] und [Nag02]). Typische Probendimensionen variieren in der Länge von 20 bis 35 mm, in der Breite von 1 bis 5 mm und in der Dicke von 0,1 bis 0,4 mm. Die Oberflächen aller Proben wurden mit SiC-Papier geschliffen, um eine bessere Reflexion des Lasers bei der Messung zu erhalten.

3.2 Charakterisierung mittels Kalorimetrie, Magnetisierung & Moduleffekt

An fast allen mittels Vibrating-Reed (VR) untersuchten Proben wurden weitere charakteristische Größen gemessen, so wurde die Magnetisierungskurve mit VSM (Vibrating-Sampel-Magnetometer) [Mie98], thermische Eigenschaften mit DSC (Differential- Scanning-Calorimetry) [SET94] [Wol93] und die Struktur mittels TEM (Transmissionselektronen-Mikroskopie) und Röntgenbeugung untersucht. Einige TEM-Bilder zu Fe-26at.%Al finden sich im Anhang B.5 auf Seite 164. Die Probe Fe-26Al 'n482' soll als Beispiel gelten (Abb. 3.3); weitere Untersuchungen dieser

²2005 umbenannt in Institut für Physik der Kondensierten Materie (IPKM)

Art werden in der Arbeit nicht gezeigt werden. Die Abbildung 3.3 stellt das Zusammenspiel von Wärmefluss, Magnetisierung und Resonanzfrequenz bei der Probe Fe-26Al 'n482' dar. Im Resonanzfrequenzverlauf zeigt sich bei n ein normaler Verlauf, die Frequenz wird mit wachsender Temperatur durch die Ausdehnung des Materials kleiner.

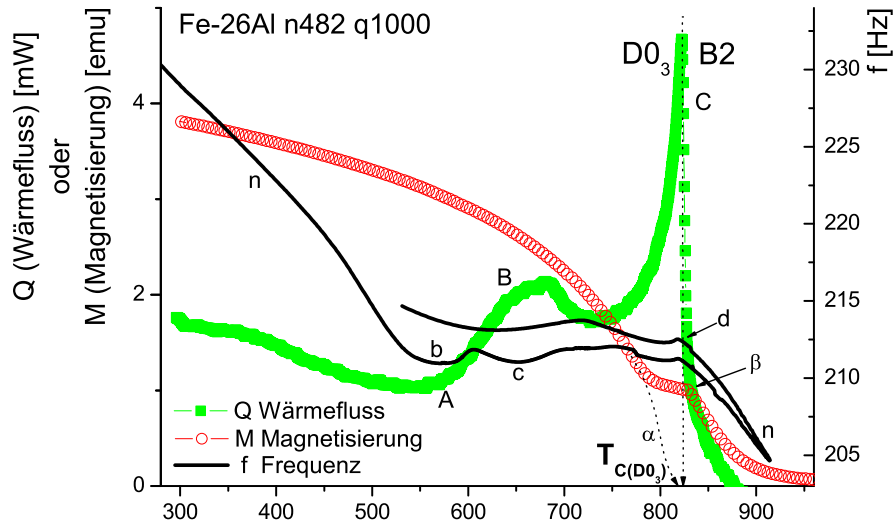


ABB. 3.3: DSC Q , Magnetische Messungen M und Resonanzfrequenz f an einer von 1000 °C abgeschreckten Probe.

Q - Wärmefluss	M - Magnetisierung	f - Frequenz
A $\hat{=}$ $D0_3$ -Ordnung		n $\hat{=}$ Normaler Verlauf
B $\hat{=}$ $D0_3$ -Ordnung		b $\hat{=}$ S-Peak
		c $\hat{=}$ X-Peak
C $\hat{=}$ Phasenübergang $D0_3 \rightarrow B2$	α $\hat{=}$ Curie-Übergang β $\hat{=}$ Phasenübergang $D0_3 \rightarrow B2$	d $\hat{=}$ Phasenübergang $D0_3 \rightarrow B2$

Die Wärmeflussmessung zeigt bei A ein Einsetzen der $D0_3$ -Ordnung und bei B ein weiteres Entwickeln der Ordnung. Die Kramers-Kronig-Relation für den S-Peak ist bei b zu sehen und für den X-Peak bei c. Der Stufenverlauf der Frequenz zwischen b und d ist auf die sich entwickelnde Ordnung zurückzuführen. Die Verlängerung von α führt zur Curie-Temperatur $T_C = 817$ K. In allen drei Messungen ist bei C, β und d der Phasenübergang von der $D0_3$ - zur $B2$ -Phase gut auszumachen und zeigt die Phasenübergangstemperatur $T_0 = 822$ K. Diese Übereinstimmung ist gleichzeitig eine gute Kontrolle für die Eichung der Temperaturmessung in den verschiedenen Messanlagen.

3.3 Durchführung von Vibrating-Reed-Messungen

Eine Liste einiger der durchgeführten Vibrating-Reed-Messungen (VR) für Fe-Al-Verbindungen findet sich im Anhang in Tabellen B.4 bis B.7. Die Heizrate für die Messzyklen wurde typischerweise mit 1 K/min eingestellt. Sie wurde in besonderen Fällen aber zwischen 0,1 K/min bis 3,5 K/min variiert. Eine genauere Beschreibung der verwendeten VR-Anlagen und des Messablaufes findet sich im Anhang A auf Seite 141. Der Temperaturbereich lag zwischen 93 K (nahe der Temperatur von flüssigem Stickstoff, welcher als Kühlmittel benutzt wurde) und 923 K. Die Proben wurden unterschiedlich thermisch und mechanisch vorbehandelt, durch Abschrecken, Abkühlung an Luft, langsames Aufwärmen und Abkühlen, Tempern, Biegeverformung und Hochdruckverformung. Hohe Glühtemperaturen erzeugen Leerstellen, bringen gebundenes Kohlenstoff in Lösung und können den Ordnungsgrad verändern. Beim Abschrecken (hier quenching (q) genannt) werden die erzeugten Leerstellen (zum Teil) „eingefroren“. Der freie Kohlenstoff bleibt durch das schnelle Abschrecken ungebunden, d.h. in interstitieller Lösung. Beim Abkühlen an Luft (hier air (a) genannt) haben die Leerstellen Zeit zu annihilieren und ein Teil des gelösten Kohlenstoffs geht aus der Lösung (z.B. durch das Bilden von Carbiden oder durch Ausscheidung an Versetzungen oder Korngrenzen). Beim langsamen Abkühlen (hier furnace (f) genannt) verschwinden die Leerstellen fast völlig und die meisten Teile des gelösten Kohlenstoffs gehen wieder aus der Lösung. Beim Tempern wird die Probe sehr lange (mehrere Stunden) auf einer vorgegebenen Temperatur gehalten, damit es zu einer weitgehenden Gefügeumwandlung kommen kann, wie z.B. Korngrenzenänderung in polykristallinen Proben oder Ausheilen von verformungsbedingten Defekten (Versetzungen). Beim Biegen wird die Probe bei Raumtemperatur bis zum Einsetzen der plastischen Verformung gebogen, um damit Versetzungen zu erzeugen. Beim Hochdruckverfahren wird die Probe mit einem Stempel gepresst und gleichzeitig gedreht (tordiert). Die Methode ermöglicht es einen sehr starken Verformungsgrad der Probe zu erreichen, die mit der Zugmethode bislang nicht möglich ist, da die Proben brechen und damit für weitere Untersuchungen unbrauchbar sind.

3.3.1 Übersicht der Ergebnisse

Um eine Übersicht der verschiedenen beobachteten Peaks in Fe-Al Legierungen zu bekommen sind in Abbildung 3.4 exemplarisch zwei Dämpfungspektren mit zugehöriger Resonanzfrequenz für zwei VR-Messungen an Fe-26Al und Fe-25Al dargestellt.

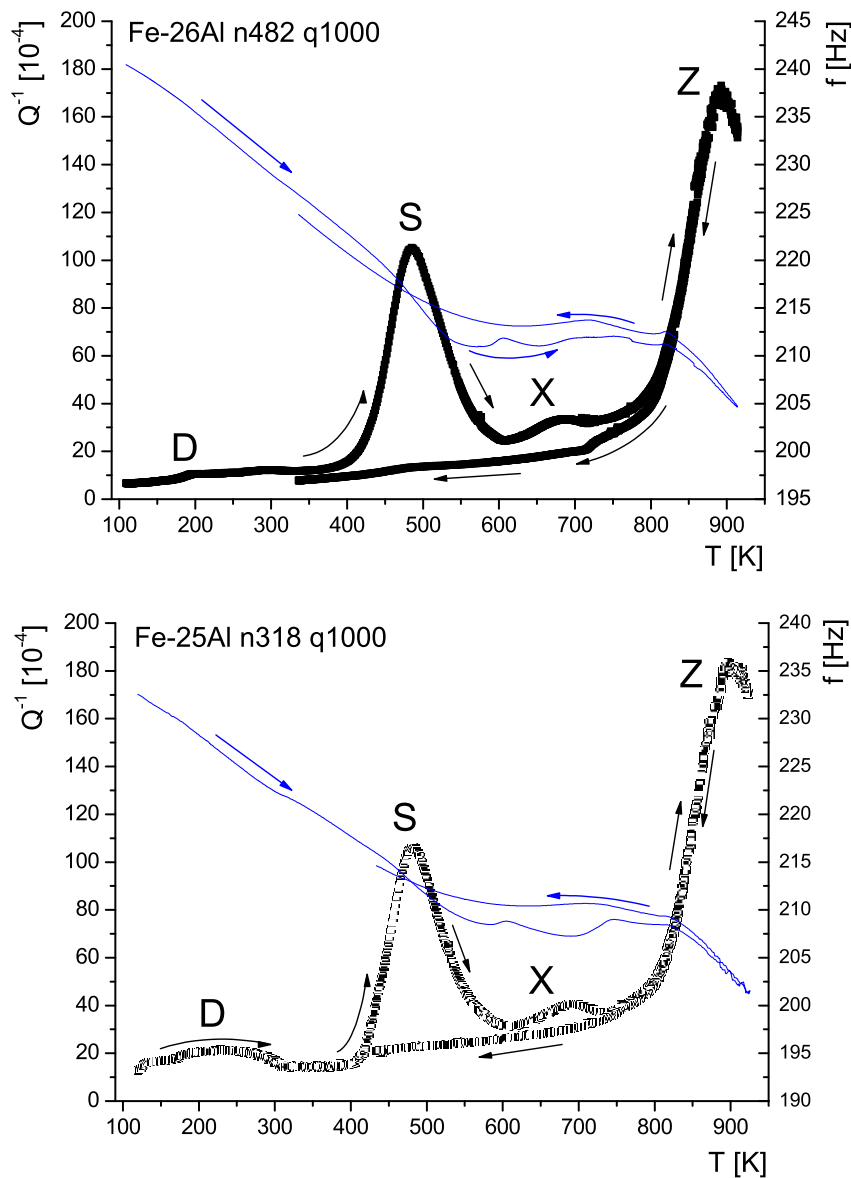


ABB. 3.4: Exemplarisches Dämpfungspektrum mit zugehöriger Resonanzfrequenzmessung der Proben Fe-26Al 'n482' und Fe-25Al 'n318' zur Übersicht der vier im Folgenden diskutierten VR-Peaks:

Dislocation-Peak: versetzungsbedingt

Snoek-Peak: interstitieller Fremdatom-Sprung (C)

X-Peak: Sprünge von Leerstellen-Kohlenstoff-Paaren

Zener-Peak: Ausrichtung von Substitutionsatompaaaren, hier Al

Es sind vier typische Dämpfungspeaks zu sehen, für die gegenwärtig die folgenden Deutungen vorliegen [GNRS04]. Der sehr kleine und breit ausgeschmierte **Dislocation-Peak** zwischen 100 und 300 K wird durch Versetzungen hervorgerufen und ist stark abhängig von der Art und Intensität der Vorverformung und der thermischen Behandlung. Der gut ausgebildete und scharfe **Snoek-Peak** bei 480 K wird durch in Lösung befindliche Kohlenstoffatome und von Bewegung auf Zwischengitterplätzen hervorgerufen. Der **X-Peak** bei 680 K wird durch Bewegung eines Leerstellen-Kohlenstoff-Paaren verursacht und der **Zener-Peak** bei 885 K durch eine Reorientierung von Atompaaaren (hier Al-Al-Paare) in Richtung der Spannung.

Mit den folgenden Untersuchungen an verschiedenen Eisen-Aluminium-Legierungen sollen diese Interpretationen der Peaks näher begründet und weitere Aussagen zu den zugehörigen Relaxationsmechanismen getroffen werden.

3.4 S-Peak

Erstmals wurde der Snoek-Peak in α -Fe 1941 von Snoek [Sno41] als spannungsinduzierter Sprung von interstitiellen Fremdatomen gedeutet.

Der S-Peak in Fe-Al wurde zum ersten Mal von Fischbach et al. in [Fis62] publiziert. In vielen Veröffentlichungen werden Messungen gezeigt, die dem S-Peak zugeordnet werden können [Hre63], [JBH66], [HI66], [Tan71], [TS71] und [KMP81]. Aber auch in der jüngeren Vergangenheit sind einige Untersuchungen zum S-Peak publiziert worden [RS96], [Gol97], [HOS97], [SDM⁺97], [Dam98], [GPG98], [GBP⁺98], [Gol00], [Rok00], [GBM01], [Rok01], [RH01], [Poz01], [Gol02b], [GPZG02], [Nag02], [NHKN02], [Gol02a], [PPG02], [RG02], [PG03], [GPRM03] und [BHRA04]. In austenitischem Stahl wurde der S-Peak in [BGBG00] beschrieben und simuliert (Hier aber als Finkelshtein-Rosin-Peak bezeichnet). Die Erklärung des S-Peaks in Fe-Al-Legierungen mit einem snoekartigen Mechanismus wird in vielen Publikationen nur bei niedrigen Konzentrationen < 1 at.% herangezogen z.B. und [JBH66] und [Tan71]. Es gibt aber auch Interpretationen, die den S-Peak nicht in die Gruppe der snoekartigen Mechanismen einreihen, sie werden im nächsten Abschnitt beschrieben.

Andere Interpretationen

In der Literatur lassen sich zwei andere Interpretationen des „S“-Peaks finden:

1. *Damson und Schaefer* [Dam98] bzw. [SDM⁺97] vermuten, dass der Peak, bei ihnen Peak 1 genannt, durch Doppeleerstellen auf dem Fe-Untergitter hervorgerufen wird. Die in den Arbeiten hauptsächlich untersuchten Proben haben einen hohen Aluminiumanteil: Fe-34Al, Fe-37,5Al, Fe-39Al, Fe-45Al und Fe-50Al. Bei diesen hohen Konzentrationen von Aluminium ist die Leerstellenkonzentration sehr hoch [SDM⁺97], [HSKK01], was in der Arbeit als Erklärung für das Auftreten des P1-Peaks herangezogen wird. Die in der vorliegenden Arbeit favorisierte Erklärung über einen Snoek-Typ-Effekt wird ausgeschlossen, da bei [SDM⁺97] auch gezieltes Einbringen und Entfernen von Kohlenstoff (Aufkohlung und Entkohlung) keine Veränderung des Peaks hervorgebracht hat. Es wird aber zugegeben, dass keine Aussage über den Erfolg der Bekohlung bzw. Entkohlung gemacht werden kann, da der Kohlenstoffanteil nicht bestimmt wurde. Entkohlungsversuche wurde in der vorliegenden Arbeit mittels zwei Methoden versucht, mit Wasserstoffbegasung und mit tempern an Luft, aber beide Methoden gaben keine guten Resultate, da der C-Gehalt in der Probe, der Analyse nach, nicht oder nur sehr geringfügig abnahm. Da die verwendeten Proben ebenso wie die von Damson sehr wenig Kohlenstoff aufweisen, ist es vielleicht möglich, den nicht geglückten Entkohlungsversuch auf die ohnehin schon geringe Kohlenstoffkonzentration zurückzuführen.

Ferner wurden die starke Abhängigkeit des Peaks von der Orientierung bei Einkristallen als Argument für die Leerstelleninterpretation herangezogen. Dieses Argument kann aber genauso für einen Snoek-Peak benutzt werden, da sich auch die Orientierung bei Einkristallen stark auf das Verhalten des Peaks auswirkt [Nag02].

Das Verhalten des Peaks bei höherer Al-Konzentration, die Verschiebung zu höheren Temperaturen und die unterschiedliche Peakhöhe bei unterschiedlichen thermische Behandlungen ist mit den Messungen von Damson und den hier vorgestellten Messungen vergleichbar, die Interpretation aber nicht.

2. Zhou, Han und Gao [ZHG04] bezeichnen den S-Peak ebenfalls als P1-Peak. Sie haben zwei Legierungen untersucht, Fe-29Al und Fe-38Al. Sie meinen, dass der P1-Peak durch nn (nearest-neighbor) Bewegung von Aluminiumatomen mit Hilfe von thermischen Leerstellen hervorgerufen wird. Weiter behaupten sie, dass die Höhe des Peaks direkt mit der Leerstellenkonzentration verknüpft ist, die aber nicht direkt untersucht wurde (dieselbe Variation könnte von „freiem“ Kohlenstoff herrühren).

Aktivierungsenergie und Verhalten der Dämpfung nach dem Abkühlen sind mit den hier vorgestellten Messungen vergleichbar.

Beide Interpretationen stehen im Widerspruch zu den in dieser Arbeit gefundenen Resultaten, dass sich unterschiedliche Kohlenstoffkonzentrationen auf die Peakhöhe des S-Peak auswirken (Absch. 3.4.2 auf Seite 56). Golovin hat mittels Positronenvernichtung zusätzlich gezeigt [GDC⁺05], dass sich die Leerstellenkonzentration von Fe-26Al und Fe-26Al-4Ti (in dieser Legierung ist der Kohlenstoff in Carbiden gebunden und kann nicht in Lösung gehen) bei gleichen thermischen Behandlungen nicht wesentlich unterscheidet (Tab. 3.1).

Probe	Temp. Behandl.	Phase	τ_2 [ps]	c_v [$10^{-4}at^{-1}$]
Fe-26Al	q1000°C, Ampulle	B2	$181,5 \pm 0,2$	$0,8 \pm 0,1$
	q1000°C, Wasser	B2	$180,8 \pm 0,1$	$1,5 \pm 0,1$
	q1250°C, Wasser	A2	$179,2 \pm 0,1$	$1,7 \pm 0,1$
Fe-26Al -4Ti	q1000°C, Ampulle	B2	$180,7 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$
	q1000°C, Wasser	B2	$178,0 \pm 0,1$	$1,5 \pm 0,1$
	q1250°C, Wasser	A2	$175,5 \pm 0,1$	$1,7 \pm 0,1$

TABELLE 3.1: Positronen-Lebensdauer aus [GDC⁺05].

$\tau_2 \hat{=}$ Lebenszeit der in Leerstellen gefangenen Positronen;

$c_v \hat{=}$ Leerstellenkonzentration

Die in Abbildung 3.9 auf Seite 59 verwendeten Proben sind aus demselben Rohling wie die von Golovin untersuchten Proben. Für alle carbidbildenden beigemischten Elemente ist ebenfalls kein S-Peak zu finden. Sollten Damson und Zhou mit ihrer Leerstelleninterpretation richtig liegen, so sollte der Peak un- oder nur wenig beeinflusst von den beigemischten 0,3 Nb, 2 Ti oder 4 Ti auftreten, was aber nicht beobachtet wurde. Es kann sich somit nicht um einen durch Leerstellen alleine hervorgerufenen Effekt handeln.

Vorüberlegungen

Der Snoek-Effekt beruht auf der Annahme, dass in einem krz Kristall interstitielle Fremdatome gelöst sind und durch ihre thermisch aktivierte Bewegung (Absch. 2.4.1 auf Seite 23) ein Dämpfungspeak hervorgerufen wird. Bei den hier untersuchten Materialien handelt es sich um Kohlenstoff als gelöstes Fremdatom. Nur die im Kristallgitter frei verfügbaren C-Atome sind am Snoek-Effekt beteiligt. In Carbiden oder an Defekte (Korngrenzen, Versetzungen) gebundene Kohlenstoffatome tragen zum Dämpfungspeak nicht bei. Um zu bestätigen, dass es sich bei dem S-Peak in Abbildung 3.4 um den Snoek-Effekt handelt, werden die folgenden Fragestellungen betrachtet:

1. Ist der Peak thermisch aktiviert?
Dies wird anhand der Veränderung der Resonanzfrequenz in Abschnitt 3.4.1 geprüft und die Aktivierungsparameter (Aktivierungsenergie und Anlaufzeit) werden bestimmt.
2. Wie verhält sich das Material bei einer unterschiedlichen Konzentration von freiem Kohlenstoff?
Dies wird in Abschnitt 3.4.2 auf Seite 56 für unterschiedliche Ausgangskonzentrationen von Kohlenstoff und unter dem Einfluss von carbidbildenden Elementen untersucht.
3. Welchen Einfluss haben unterschiedliche thermische Vorbehandlungen, durch die der Anteil freier C-Atome, sowie die Leerstellenkonzentration, verändert werden kann?
Dies wird in Abschnitt 3.4.3 auf Seite 59 untersucht.
4. Wie verhält sich der Dämpfungspeak, wenn man die Probe *während der Messung* tempert und somit die zeitliche und thermische Kinetik, etwa der Ausscheidung von Kohlenstoff in Carbiden oder an Defekten betrachtet?
Dies wird in Abschnitt 3.4.4 auf Seite 63 studiert.
5. Wie verhalten sich die Dämpfungseigenschaften, wenn der Anteil an Legierungsatomen verändert wird?
Dieser Frage wird in Abschnitt 3.4.5 auf Seite 68 nachgegangen, indem die Konzentration von Eisenatomen verringert und die der Aluminiumatome vergrößert wurde. Der Al-Gehalt variiert dabei zwischen 0-50at.%.

Als weiteres werden mit Hilfe des so bestimmten Modells simulierte Ergebnisse den experimentellen Messungen gegenübergestellt (Absch. 3.4.6 auf Seite 87).

3.4.1 Variation der Resonanzfrequenz

Ob ein Dämpfungspeak thermisch aktiviert ist, kann durch Veränderung der Resonanzfrequenz überprüft werden. Die Variation der Resonanzfrequenz wird durch Einspannen derselben Probe bei unterschiedlichen Längen erreicht oder durch Betrachten der Oberschwingungen. Verändert sich die Position des Relaxationspeaks bei unterschiedlichen Resonanzfrequenzen auf der Temperaturskala, so kann davon ausgegangen werden, dass der Peak thermisch aktiviert ist. Höhere Resonanzfrequenzen verschieben einen thermisch aktivierten Peak zu höheren Temperaturen. Die Aktivierungsenergie lässt sich mit einem Arrhenius-Ansatz (Gl. 2.18) ermitteln.

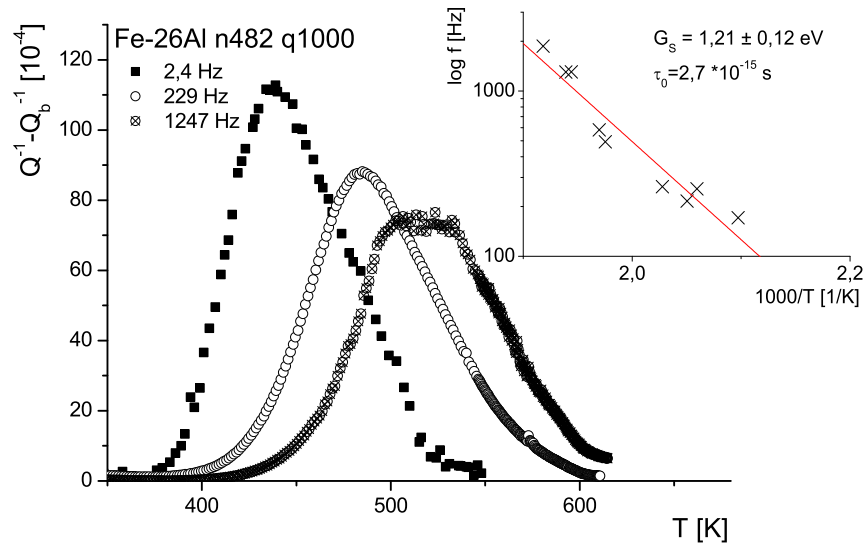


ABB. 3.5: Unterschiedliche Resonanzfrequenzen, bei gleicher Probe und gleicher thermischer Behandlung (Hintergrund linear subtrahiert).

Wenn die Peakposition bei unterschiedlichen Resonanzfrequenzen konstant bleibt, kann eine thermische Aktivierung des Peaks ausgeschlossen werden. Um zu überprüfen ob es sich bei dem Peak bei ca. 480 K um einen thermisch aktivierten Prozess handelt, wurde in Abbildung 3.5 eine Probe bei drei unterschiedlichen Resonanzfrequenzen gemessen. Wie man sehen kann verschiebt sich der Peak mit höheren Frequenzen zu höheren Temperaturen. Dies ist ein eindeutiges Anzeichen,

dass es sich um einen thermisch aktivierten Prozess handelt. Über den Arrhenius-Ansatz (Abb. 3.5 Inset) lässt sich eine Aktivierungsenergie (AE) von $G_S = 1,21 \pm 0,12 \text{ eV}$ und eine Anlaufzeit $\tau_0 = 2,7 \cdot 10^{-15} \text{ s}$ abschätzen. Der ΔS -Faktor für Gleichung 2.32 bestimmt sich zu $\Delta S = 1,9 \cdot 10^{-4} \frac{\text{eV}}{\text{K}}$. Weitere AE und Anlaufzeiten anderer Proben finden sich in Tabelle B.4 auf Seite 161.

Ein weiteres Charakteristikum des S-Peaks ist in Abbildung 3.5 zu sehen. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Peakhöhe ab. Obwohl der Peak bei höheren Frequenzen ausschmiert, nimmt auch die Fläche unter dem Peak ab. Dies kann bedeuten, dass die beteiligten Punktdefekte thermisch ausheilen. Dies wird in Abschnitt 3.4.4 auf Seite 63 diskutiert werden.

3.4.2 Variation des Kohlenstoffanteils

Der Vergleich von Messungen mit gleicher thermischer Behandlung und Materialien mit vergleichbaren Anteilen von Eisen und Aluminium, aber unterschiedlichem Gehalt von C zeigt, dass Kohlenstoff bei der Erzeugung des Peaks bei ca. 480 K beteiligt ist. Dazu werden zwei verschiedene Serien mit je drei Proben verglichen die jeweils von gleicher Temperatur angeschreckt werden (Abb. 3.6 und 3.7).

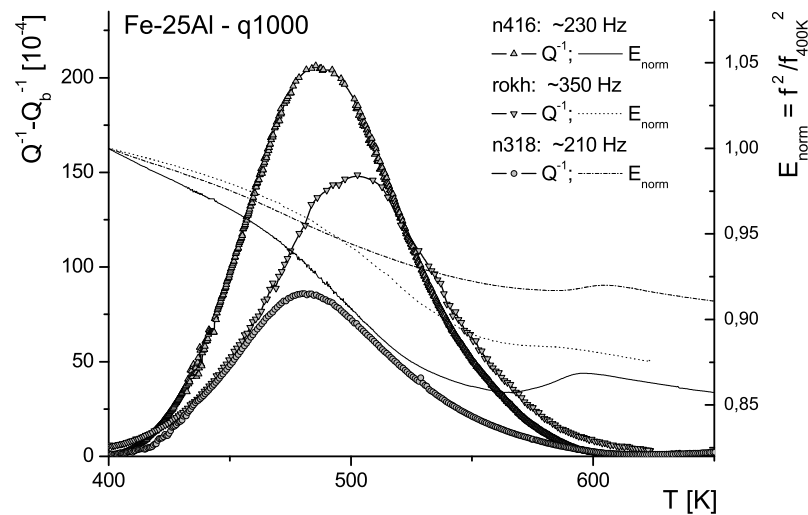


ABB. 3.6: Unterschiedliche Kohlenstoffkonzentrationen:

Fe-25,3 at.% Al - C-Konzentration: 0,040 at.%

Fe-24,9 at.% Al - C-Konzentration: 0,033 at.%

Fe-25,4 at.% Al - C-Konzentration: 0,024 at.%

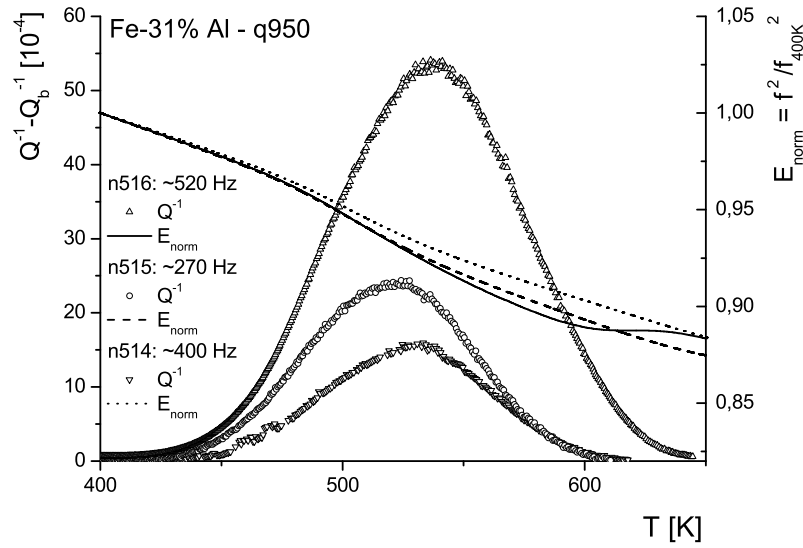


ABB. 3.7: Unterschiedliche Kohlenstoffkonzentrationen:
 Fe-31,2 at.% Al - C-Konzentration: 0,0099 at.%
 Fe-31,0 at.% Al - C-Konzentration: 0,0067 at.%
 Fe-30,7 at.% Al - C-Konzentration: 0,0030 at.%

Für beide Serien kann eindeutig die Peakhöhe mit dem Kohlenstoffgehalt in Verbindung gebracht werden. Als größte Peaks treten jeweils die Proben mit der höchsten Kohlenstoffkonzentration hervor. Der kleinste Dämpfungspeak kann den Proben mit der geringsten Kohlenstoffkonzentration zugeordnet werden. Die Peakmaxima sind wegen unterschiedlicher Frequenzen gegeneinander verschoben.

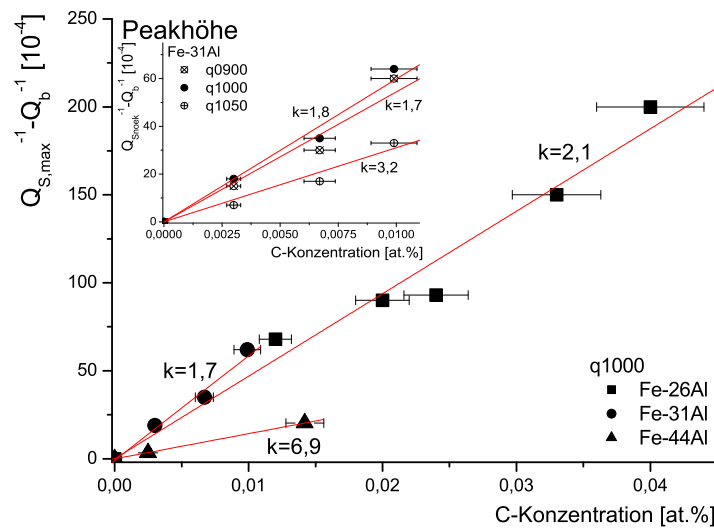


ABB. 3.8: Peakhöhe in Abhängigkeit der C-Konzentrationen.

Trägt man die Peakhöhe der einzelnen Legierungen und die dazugehörige C-Konzentration auf, so ergibt sich das in Abbildung 3.8 dargestellte Bild. Es wird davon ausgegangen, dass, wenn kein Kohlenstoff vorhanden ist, eine völlig reine Legierung vorliegt und somit keine Snoek-Dämpfung hervorgerufen wird. Diese Annahme spiegelt sich darin wider, dass eine Ursprungsgerade die Daten recht gut annähert. Durch die Erhöhung des C-Anteils in der Probe kann während der thermischen Behandlung mehr Kohlenstoff in Lösung gehen, der dann beim ersten Aufheizen für die Erzeugung der Dämpfung des S-Peaks zur Verfügung steht. Der lineare Zusammenhang deutet darauf hin, dass die C-Atome sich nicht untereinander beeinflussen. Im vorliegenden Konzentrationsbereich (bis ca. 0,04 at.%C) ist also die um den Untergrund reduzierte Peakhöhe ein Maß für die Konzentration an Kohlenstoff

$$c_C [\text{at.\%}] = k \cdot (Q_S - Q_b), \quad (3.1)$$

wobei die Wärmebehandlung der Proben ähnlich sein muss. Für Eisen ist $k \approx 1$ [LD74]. Die k -Werte > 1 bei den Fe-Al-Legierungen (Abb. 3.8) entsprechen der Bindung von C zu Al.

Um das Verhalten verschiedener Abschreckbehandlungen zu veranschaulichen, sind im Inset für die Legierungen Fe-31Al 'n514,n515,n516' die Dämpfungen bei verschiedenen Wärmebehandlungen dargestellt. Eine leichte Tendenz zu höheren k -Werten bei niedrigeren Abschrecktemperaturen oder höheren Al-Konzentrationen ist zu erahnen.

Der lineare Zusammenhang, wird für größere Kohlenstoffkonzentrationen wahrscheinlich nicht bestehen bleiben, da sich die C-Atome untereinander beeinflussen und es zur Clusterbildung kommen kann. Der Fehler der Peakhöhe ist nicht besonders groß ($\pm 5 \cdot 10^{-4}$), da die Messungen gut reproduzierbar sind. Der Fehler für die Kohlenstoffbestimmung ist recht hoch ($\geq 10\%$), da erstens die Kohlenstoffverteilung im Rohling nicht homogen ist und zweitens die Bestimmung von kleinen Anteilen von C-Atomen schwierig ist [Zac04].

Um die Abhängigkeit des S-Peak weiter zu stützen sind in Abbildung 3.9 vier verschiedene Fe-26at.%Al Proben dargestellt, drei von ihnen sind mit Carbidgebildnern (Ti, Nb) dotiert.

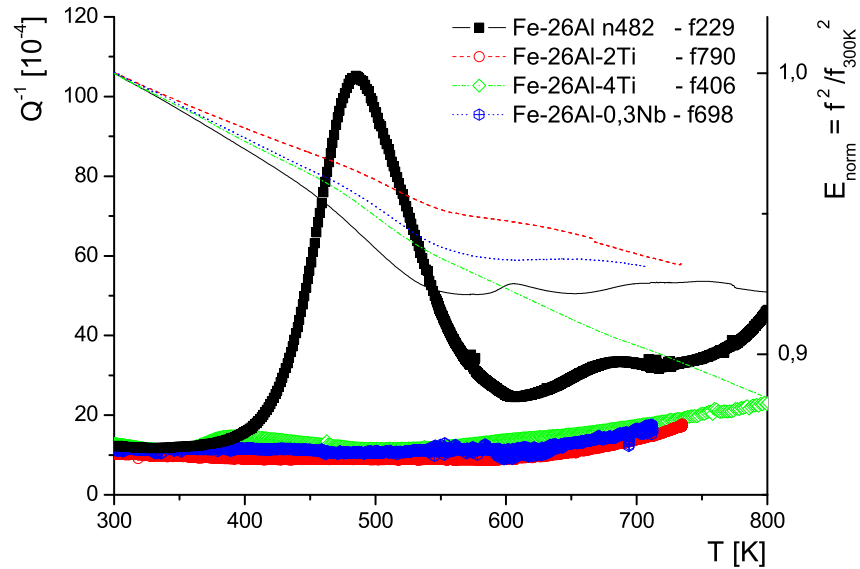


ABB. 3.9: Carbid-bildende Elemente beim S-Peak.

Beide zugesetzten Elemente (Ti, Nb) unterdrücken den Peak in Abbildung 3.9 tatsächlich wie erwartet vollständig, auch Zr und Ta unterdrücken die Peaks [GNS06]. Sowohl Titan, als auch Niobium fangen offenbar den freien Kohlenstoff in Carbiden ein.

Insgesamt kann damit gezeigt werden, dass der S-Peak direkt abhängig von der Konzentration an freiem Kohlenstoff ist.

3.4.3 Variation der thermischen Behandlung

Durch die Verwendung unterschiedlicher Abschreck-Temperaturen (T_q , $q \equiv$ quenching) kann der Einfluss der Abschrecktemperatur analysiert werden. Bei höheren Abschrecktemperaturen erwartet man mehr freien Kohlenstoff sowie mehr Leerstellen.

In Abbildung 3.10 sind die Dämpfungsspektren der Probe Fe-22Al für Abschrecktemperaturen zwischen 800 und 1000 °C abgebildet.

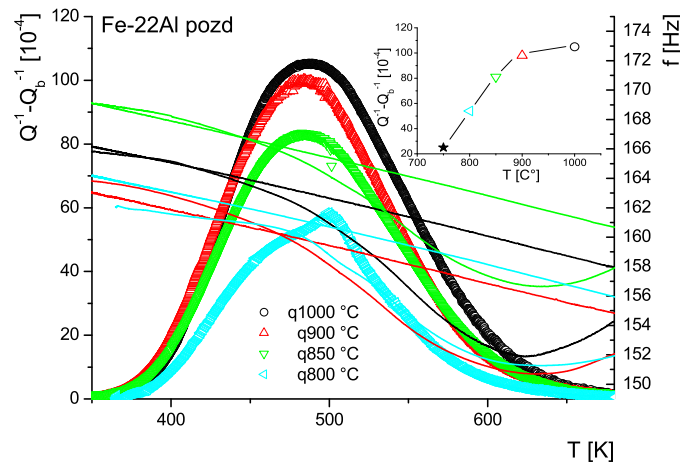


ABB. 3.10: Einfluss unterschiedlicher Abschreck-Temperaturen an Fe-21Al ⁴. Daten ★ im Inset sind nicht dargestellt.

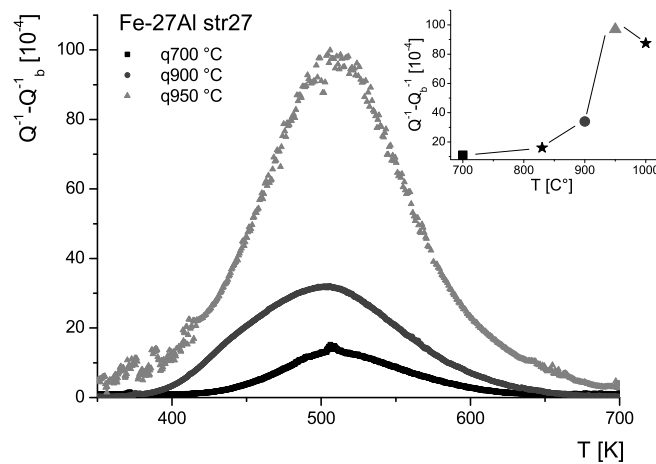


ABB. 3.11: Einfluss unterschiedlicher Abschreck-Temperaturen an Fe-27Al. Daten ★ im Inset sind nicht dargestellt.

Zusätzlich ist im Inset die Peakhöhe über der Abschreck-Temperatur aufgetragen. Man sieht einen monoton steigenden Verlauf mit abnehmender Tangentensteigung. Bei der Legierung mit 27at.%Al (Abb 3.11) ist ein ähnlicher Verlauf auszumachen.

In Abbildung 3.12 werden die Peakhöhen in Abhängigkeit der thermischen Behandlung mehrerer Legierungen mit unterschiedlichem Al-Gehalt verglichen.

⁴Messungen von S.B. Golovina.

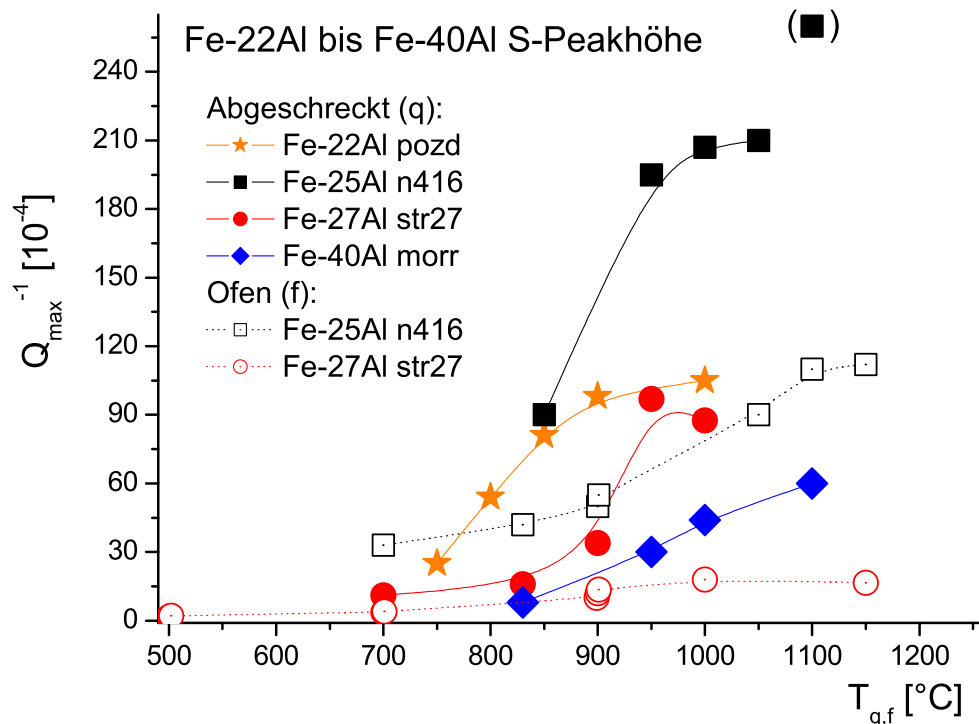


ABB. 3.12: S-Peakhöhen unterschiedlicher Proben und Thermobehandlungen.

Es scheint, dass bei allen Proben ein starkes Ansteigen der Peakhöhe bei $T_q \approx 800$ bis 900°C auszumachen ist. Dieses Phänomen könnte damit erklärt werden, dass ab 800°C Carbide beginnen sich aufzuspalten und den gebundenen Kohlenstoff wieder in Lösung geben. Dass das Ansteigen der Peakhöhe bei noch höheren Temperaturen weniger wird, kann daher rühren, dass hier der meiste ehemals gebundene Kohlenstoff schon in Lösung ist und dadurch höhere Abschrecktemperaturen nur noch vergleichsweise wenig Carbide auflösen.

Neben der maximalen Haltetemperatur vor dem Abschrecken wurde die Abkühlrate der thermischen Behandlung nach dem Anlassen auf drei Arten variiert. Es gab das schnelle Abschrecken (**q**uenchen): Nachdem die Probe ihre Anlassprozedur erfahren hatte, wurde sie in kaltem Wasser abgeschreckt, dabei befand sie sich in einem evakuierten Glasröhrchen, das im Wasser nicht zerbrochen wurde (Auf Grund der Zerstörungsgefahr für die Probe wurde das Glasröhrchen nicht zerbrochen). Als zweite Möglichkeit wurde ein langsames Abkühlen ausgewählt: Hier wird die Probe nicht abgeschreckt, sondern kühlt in der Ampulle an der Luft (**a**ir) ab. Als letzte noch langsamere Abkühlprozedur wurde die Pro-

be im Ofen (furnace) gelassen und mit einer Rate von 2 bis 5 K/min abgekühlt. Um die drei verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten zu veranschaulichen, werden sie in Abbildung 3.13 idealisiert und schematisch (ohne Skalenwerte) angedeutet.

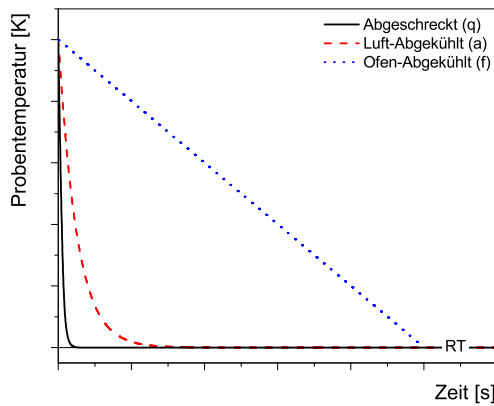


ABB. 3.13: Drei idealisierte Abkühlgeschwindigkeiten nach einer Thermobehandlung bis zur Raumtemperatur.

Als schnellste Abkühlgeschwindigkeit (in kaltem Wasser) sieht man die steile exponentiell abfallende Kurve nahe am Ursprung, danach kommt das Abkühlen an Luft, welches ebenfalls exponentiell fallend ist. Als letztes ist das lineare Abkühlen im Ofen angedeutet, welches erst nahe der Endtemperatur auch in einen exponentiell abfallenden Verlauf übergeht, da kein zusätzliches Kühlmittel verwendet wurde.

Dass alle drei Arten sich auf den Dämpfungspeak bei 480 K auswirken, wird in Abbildung 3.14 veranschaulicht.

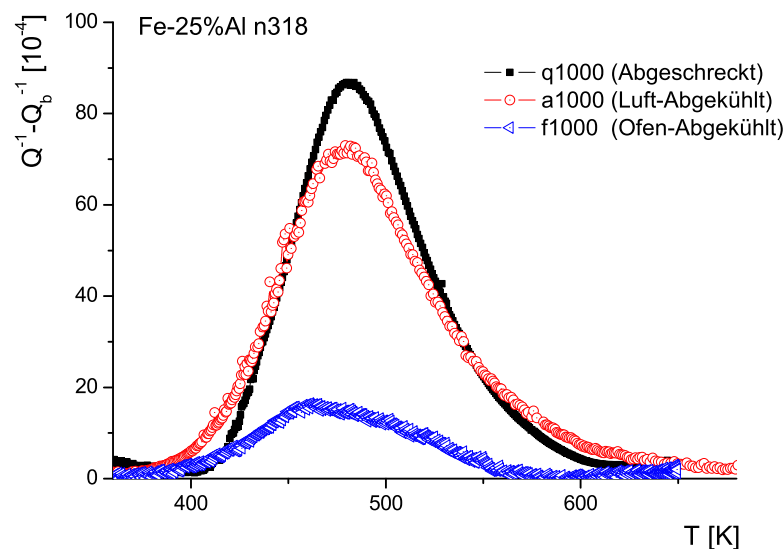


ABB. 3.14: Einfluss unterschiedlicher Abkühlprozeduren nach einer Thermobehandlung (hier 1000 °C).

Während bei der schnellsten Abkühlmethode die höchste Dämpfung aufgetreten ist, wird bei der kleinsten Abkühlgeschwindigkeit der kleinste Peak gemessen. Dies deutet darauf hin, dass die abgeschreckte Probe in einem 'eingefrorenen' Zustand vorliegt. Der gelöste Kohlenstoff hat somit keine Zeit wieder aus der Lösung auszuscheiden, indem er z.B. Karbide bildet oder sich an Korngrenzen anlagert. Entstandene Leerstellen und die mögliche Hochtemperaturphase bleiben ohne Phasenübergang weitgehend erhalten. Durch langsames Abkühlen hingegen, wie bei der freien Luftabkühlung, gehen Anteile der freien Kohlenstoffatome aus der Lösung und entstandene Leerstellen werden reduziert. Bei einem geregelten Abkühlen der Probe im Ofen, hat die Legierung auch Zeit, falls es zu einer Phasenumwandlung kommt, sich umzuordnen. Leerstellen verschwinden zunehmend und es verbleiben nur noch wenige Kohlenstoffatome in Lösung.

3.4.4 Untersuchung der Kinetik

Bei wiederholtem Messen an einer Probe fiel auf, dass sich die Peakhöhe allmählich verringerte, was auf eine Abnahme des „freien“ Kohlenstoffs hinweist, welcher durch Bindung an Carbiden oder Anlagerung an Defekten (Korngrenzen, Versetzungen) aus der Lösung verschwindet. Es liegt daher nahe eine Untersuchung der Kinetik dieses Prozesses durchzuführen. Dafür wurde die Dämpfungsänderung bei konstanter Temperatur verfolgt, es wurden also isotherme Messungen durchgeführt. Die Abhängigkeit der Peak-Höhe von der Frequenz, bei gleichem T_q , ist in Abbildung 3.5 auf Seite 55 dargestellt worden und zeigt, dass mit zunehmender Frequenz die Peakhöhe abnimmt. Abbildung 3.4 auf Seite 50 zeigt zusätzlich das Verschwinden des S-Peaks bei der Abkühlung nach einer Messung bis 920 K. Beides deutet darauf hin, dass der Mechanismus, der die Dämpfung des S-Peaks hervorruft thermisch und zeitlich ausheilt. Zur Untersuchung wurde der normale Versuchsablauf modifiziert (Abb. 3.15)⁵.

⁵Alle Messungen mit Unterstützung von S.B. Golovina, veröffentlicht in [GGG+05].

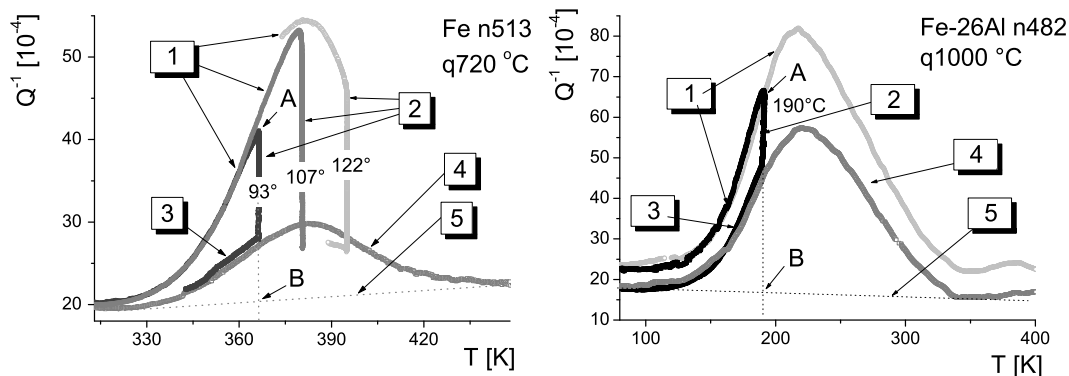


ABB. 3.15: Modifizierter Versuchslauf für isotherme Messung an zwei verschiedenen Proben.

- 1 - Normale Messung 1K/min bis zur vorgegebenen Temperatur.
 - 2 - Temperatur wird konstant gehalten.
 - 3 - Abkühlung nach Messung über mehrere Stunden.
 - 4 - Erneute Messung bis zu hohen Temperaturen.
 - 5 - Ermittlung des Hintergrundes.
- A - Lot auf der konstanten Temperatur.
B - Hintergrund bei der konstanten Temperatur.

Im ersten Schritt wird bis zur gewünschten Temperatur mit 1 K/min gemessen (1). Dann wird die Temperatur konstant gehalten (2) bis die eingestellte Messzeit abgelaufen ist, dann wird wieder abgekühlt (3). Um den Hintergrund zu ermitteln (5) wird eine übliche Messung des Restpeaks durchgeführt (4). Der Wert des Hintergrundes kann durch Bilden des Lots der isothermen Temperatur (A) und dem Kreuzungspunkt (B) der Hintergrundlinie ermittelt werden. Die normierten Ergebnisse zweier Legierungen sind in Abbildung 3.16 gegenübergestellt. Zur Normierung wurde die isotherme Dämpfung (minus Hintergrund) $Q_t^{-1} - Q_b^{-1}$ durch die Dämpfung bei Beginn der isothermen Messung (minus Hintergrund) $Q_0^{-1} - Q_b^{-1}$ geteilt.

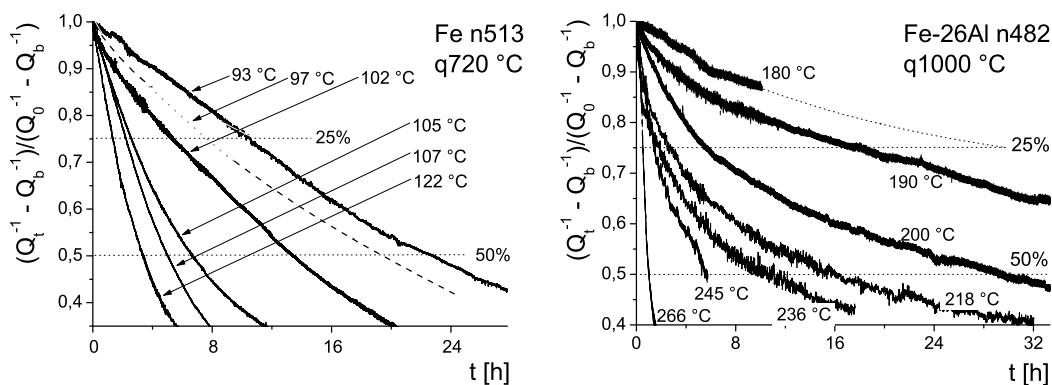


ABB. 3.16: Isotherme Messungen an Fe und Fe-26Al.

Es ist zu sehen, dass höhere Temperaturen zu einer schnelleren Abnahme der Peakhöhe führen. Aus dieser Messung lassen sich Aktivierungsenergien für langreichweitige Prozesse (hier: Wanderung des Kohlenstoffs hin zu Carbiden oder Korngrenzen) ermitteln. Hierfür werden die Zeiten bei gleicher Abnahme (etwa um 25 % und 50 %) ermittelt und als Zeitwerte k über der reziproken Temperatur aufgetragen (Abb. 3.17). Die aus der Steigung ermittelten Aktivierungsenergien G_P sind in Tabelle 3.2 angegeben und werden mit den Aktivierungsenergien für den Snoek-Effekt G_S (der einer kurzreichweitigen Diffusion entspricht) verglichen.

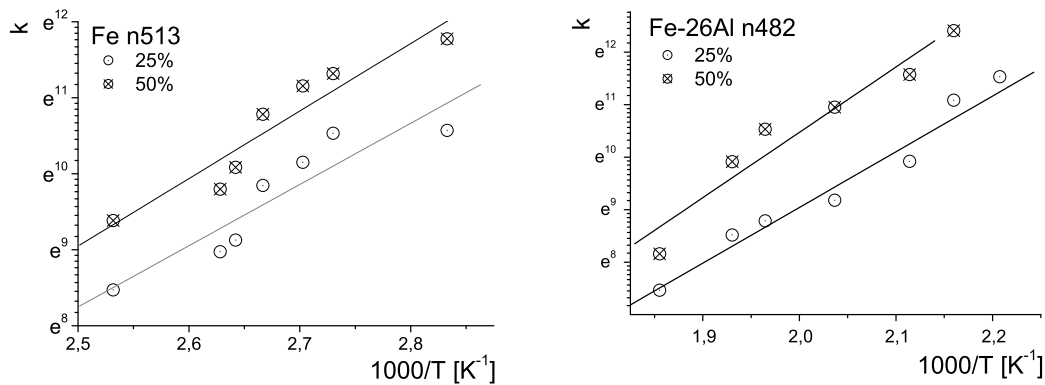


ABB. 3.17: AE für langreichweitige Effekte beim S-Peak.

Durch die isotherme Messung kann zusätzlich ein weiterer Wert ermittelt werden, der so genannte Wert-Exponent n nach C.A. Wert benannt [Wer49], [WZ49]. Dafür wird der Logarithmus der normierten Dämpfung aus Abbildung 3.16 genommen und logarithmisch über der Zeit aufgetragen (Abb. 3.18).

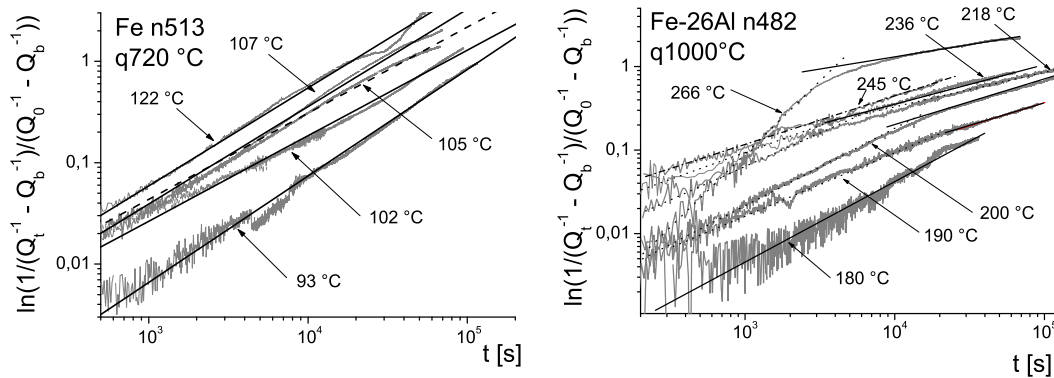


ABB. 3.18: Wert Plot für Fe und Fe-26Al.

Gemäß der Wert-Gleichung [Wer49]

$$q = \frac{\Delta Q_t^{-1}}{Q_0^{-1}} = 1 - e^{(-\frac{t}{\tau})^n} ; \quad (3.2)$$

lassen sich die Wert-Exponenten n bestimmen, ferner die Zeitkonstanten τ , die der Ausheilung der am Anfang gelösten C-Atome entspricht. Bei reinem Eisen tritt nur *ein* Wert-Exponent auf. Bei Fe-26Al kommt es hingegen bei $T > 180^\circ\text{C}$ zwischen 55 ks und 80 ks zu einem Knick in der Kurve. Dadurch lassen sich zwei Wert-Exponenten ermitteln. Die Werte von n können Aussagen über die Form der Ausscheidungen geben, so wird für tellerartige $n = \frac{5}{2}$, für kugelartige $n = \frac{3}{2}$ und für zylinderartige $n = \frac{7}{2}$ Ausscheidungen erwartet [Wer49]. Die gefundenen Exponenten werden in Tabelle 3.2 angegeben. Die vollständige Auflistung der Wert-Exponenten findet sich im Anhang unter Tabelle B.2 auf Seite 155.

Probe	G_S (Snoek) [eV] $\dot{T} = \text{const.}$	G_P (Ausscheidung) [eV] (isotherm; $T = \text{const.}$)	n Wert
Fe	0,84	0,70 0,77	1,05 - 0,85
Fe-8Al	0,95	0,72 0,87	0,55 - 0,89 0,36 - 0,47
Fe-9Al	0,98		0,57 - 0,78 0,21 - 0,39
Fe-26Al	1,13	0,93 1,09	0,59 - 0,97 0,45 - 0,55
Fe-40Al	1,25	0,73 0,87	0,60 - 0,84 0,26 - 0,47
	kurzreichweitig	langreichweitig	Carbide

TABELLE 3.2: Vergleich AE und Wert-Ergebnisse.

Ein Vergleich der kurzreichweitigen Snoek-Energien (G_S) aus den Messungen mit konstanter Heizrate mit den langreichweitigen (G_P) Werten aus den isothermen Messungen ergibt, dass alle isothermen Energien kleiner sind, als die der Messungen mit konstanter Heizrate. Die G_S -Energie rührt von den Sprüngen der C-Atome auf den benachbarten Zwischen-gitterplätzen her, während die G_P -Energie aus der Wanderung der C-Atome durch den Kristall resultieren. Würden bei der Wanderung nur Snoek-Sprünge vorkommen, so wären die beiden Energien gleich. Da die Energie der isothermen Messung aber kleiner ist müssen noch zusätzliche Effekte bei der Bewegung des C-Atoms durch den Kristall berücksichtigt

werden. Dies kann z.B. die Diffusion entlang von Versetzungen, Korngrenzen oder anderen Defekten sein, an denen der Anlagerungsprozess startet [SB96], [Ham58].

Der Wert-Koeffizient enthält Informationen über unterschiedliche Stadien der Ablagerung der C-Atome. Im Gegensatz zu Eisen, für das nur *ein* Wert-Koeffizient gefunden wurde, kommt es bei Fe-Al Legierungen immer zum Auftreten von *zwei* Koeffizienten während einer Messung. Nach etwa 4 bis 8 Stunden ändert sich der Wert von $n \approx 0,8$ zu $n \approx 0,4$, somit muss sich nach 4 bis 8 Stunden das Verhalten der Legierung ändern. Der Anfangswert von $n \approx 0,8$ kommt dem Wert von Eisen nahe. Aus diesem Grund sollte der anfängliche Prozess dem von reinem Eisen ähnlich sein. Der Wert-Koeffizient sagt etwas über das Einflussgebiet der carbidbildenden Keime aus. Eine mögliche Erklärung für die Änderung könnte die Erschöpfung von freiem Kohlenstoff sein. Carbide bilden sich bevorzugt um die vorhandenen Keime an Versetzungen und Korngrenzen im Kristall. Die Einflussgebiete dieser Keime erhöhen sich durch das zunehmende Ausdünnen des Kohlenstoffs in ihrer Umgebung und überlappen sich schließlich, so dass sie erschöpfen. Dann dominieren die Al-Atome, die ebenfalls als Keime auftreten können, den noch weiter stattfindenden Abbau von freiem Kohlenstoff zu Fe-Al Carbiden ($Fe_3AlC_{0,5}$ [Bal04]). Die Änderung von n kann aber auch von einer Änderung der Carbiditypen, etwa vom Typ ϵ zu κ , herrühren [SFSF05], [PI95].

3.4.5 Variation der Al-Konzentration

Betrachtet man den S-Peak in den Abbildungen 3.4 - 3.7, so fällt auf, dass es sich nicht um einen reinen Debye-Peak handelt, wie er zum Beispiel bei α -Eisen vorkommt, sondern um einen verbreiterten Debye-Peak. Eine vergleichende Abbildung 3.19 soll den Unterschied zwischen reinem Eisen (Fe-00Al), Fe-10Al, Fe-25Al und Fe-50Al zeigen.

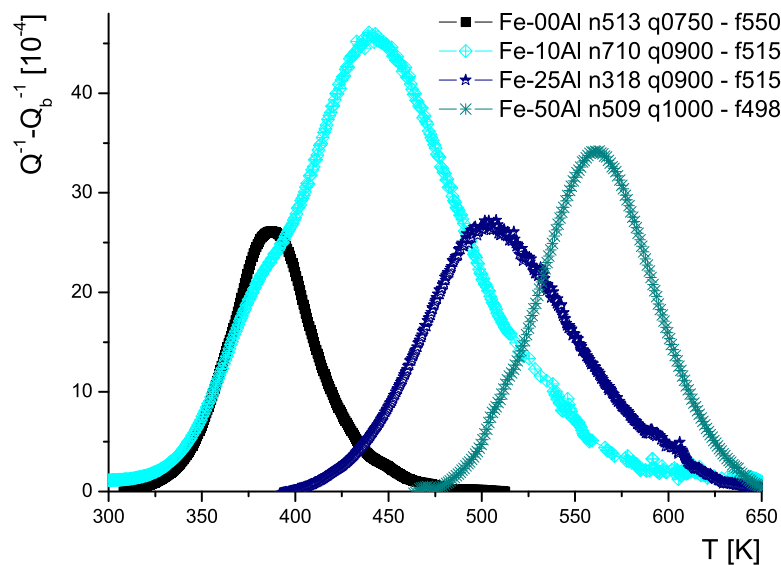


ABB. 3.19: Gegenüberstellung Fe-00Al, Fe-25Al und Fe-50Al.

Die Peaks sind nicht an der selben Position und von unterschiedlicher Breite. Die Beobachtung einer nahezu gleichen Peakhöhe ist bei Fe-00Al und Fe-25Al Zufall, denn die Peak-Höhe ist, wie bereits gezeigt, durch den C-Anteil und die thermische Vorbehandlung bedingt. Die Ursachen der unterschiedlichen Gestalt der gezeigten Relaxationspeaks werden nun anhand einer systematischen Variation der Aluminiumkonzentration studiert.

Wesentlich für die folgende Normierung der Peaks ist, dass die *Peaklage* (Peaktemperatur) nicht oder nur sehr wenig von der Wärmebehandlung beeinflusst wird (Abb. 3.10 & 3.14). Die Peakhöhe ist nur von der C-Atom Konzentration (Absch. 3.4.2) und der thermischen Behandlung (Absch. 3.4.3) abhängig. In Abbildung 3.20 ist für eine übersichtlichere Darstellung die maximale Peakhöhe auf eins normiert, wobei noch auf ähnliche Frequenzen geachtet wurde, d.h. dass keine Peak-Verschiebung aufgrund thermischer Aktivierung vorliegt.

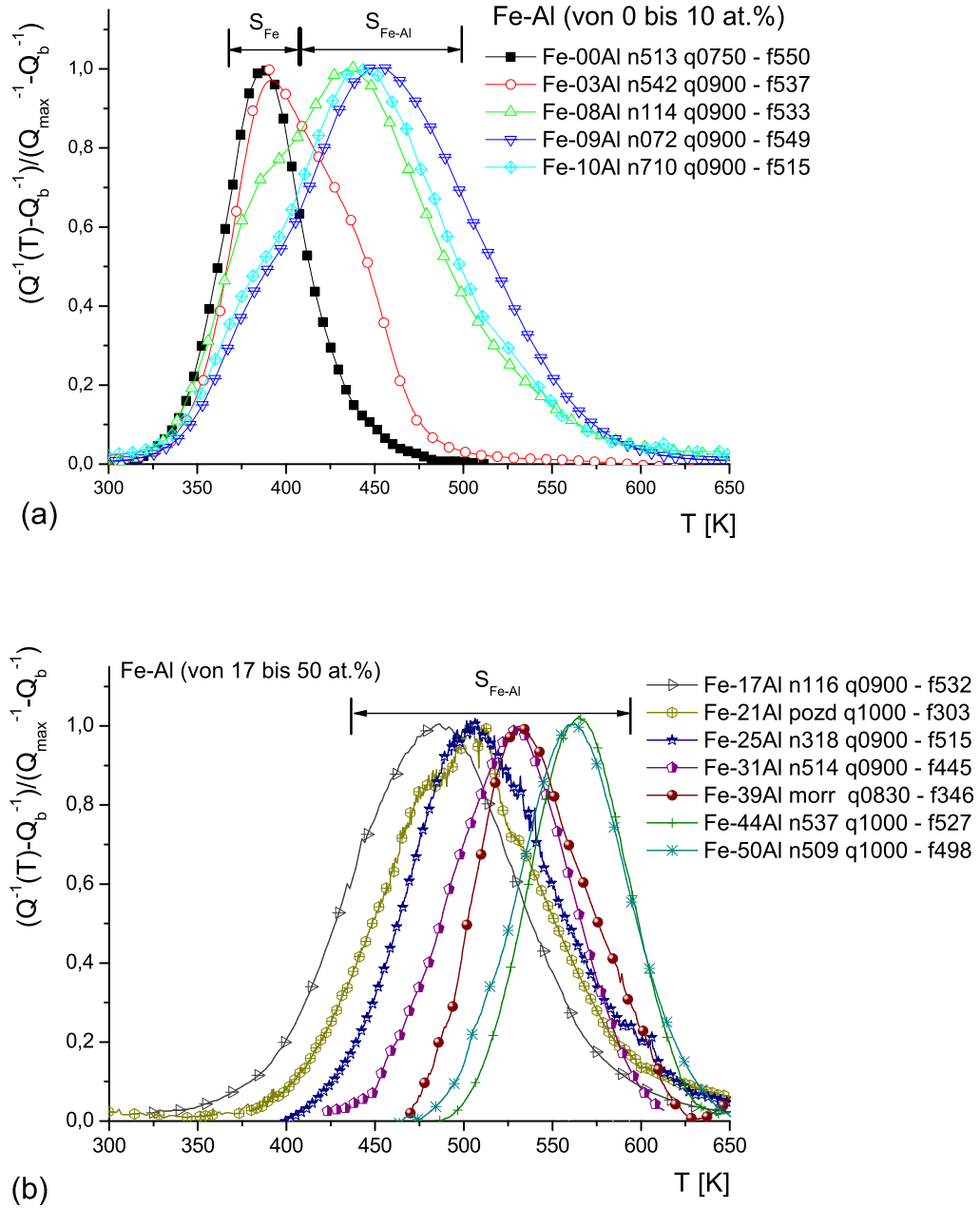


ABB. 3.20: Normierte Dämpfungsspektren von Fe bis Fe-50Al.

Es zeigt sich, dass der S-Peak bei reinem Eisen (S_{Fe}) schmal ist und mit einem Debye-Peak beschrieben werden kann. Wird Aluminium hinzugegeben (Fe-03Al) entsteht eine Schulter auf der rechten Seite des S_{Fe} -Peaks. Erhöht man den Al-Anteil weiter, so kommt es zu einer Höhenabnahme des S_{Fe} -Peaks zu Gunsten einer zunehmenden Peakhöhe der beobachteten Schulter. Bei Fe-08Al ist die anfängliche Schulter maßgeblich für den Peak und der S_{Fe} -Peak ist nur noch eine linke Schulter des

Gesamtpeaks. Der anfänglich schmale Peak wird sehr schnell breiter. Bei ca. 12 at.% Al Anteil ist schließlich kein S_{Fe} -Peak mehr nachzuweisen. Für höhere Konzentrationen von Aluminium verschiebt sich der Peak weiter zu höheren Temperaturen. Das Peakmaximum wandert bei einer Frequenz von ca. 500 Hz von 383 K bei reinem Fe bis zu 565 K für Fe-50Al.

Trennung des S-Peaks in Fe-Anteil und Al-Anteil

Es konnte gezeigt werden, dass sich bei Proben mit niedrigem Al-Gehalt der S-Peak in zwei Komponenten aufspaltet. Um dies genauer zu untersuchen wurden die Peaks mittels einer Software angefitet [SG05]. Als Fit-Funktion wurde die in Abschnitt 2.3 hergeleitete Gleichung 2.19 benutzt und so erweitert, dass sie eine Abweichung der Peakbreite über den Faktor $r_2(\beta)$ zulässt [Jua01]:

$$Q^{-1}(T) = Q_m^{-1} \cosh^{-1} \left(\frac{H}{k_B \cdot r_2(\beta)} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_m} \right) \right) \quad (3.3)$$

Einem reinen Debye-Peak entspricht der Fall $\beta = 0$ und $r_2(0) = 1$. In Abbildung 3.21 sind die Ergebnisse des Fits dargestellt.

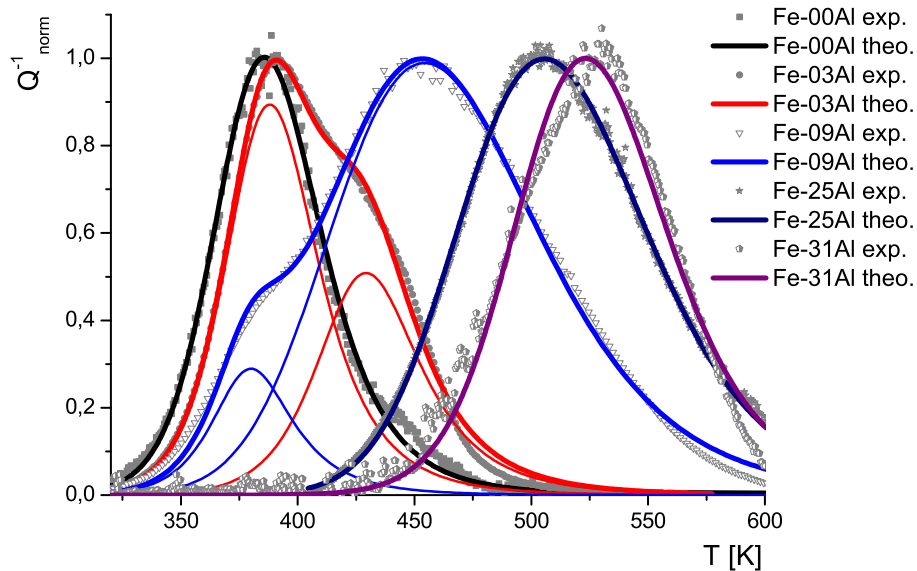


ABB. 3.21: Fit der S-Peaks von Fe bis Fe-31Al. Feine Linien: Einzelkomponenten; dicke Linien: Überlagerung zum resultierenden Peak.

Bis zu einem Wert von $c_{Al} \approx 10$ at.%Al spaltet sich der Peak in zwei Komponenten auf. Ab einer Aluminiumkonzentration von 16 % ist kein

Peak mehr auf der Temperaturposition von Eisen auszumachen. Um einen genaueren Wert für eine kristische Konzentration $c_{Al,krit}$ zu erhalten, die charakteristisch für das Verschwinden des S_{Fe} -Peaks ist, sind in Abbildung 3.22 die Peaktemperatur sowie die normierte Peakhöhe der Peak-Komponenten über der Al-Konzentration dargestellt.

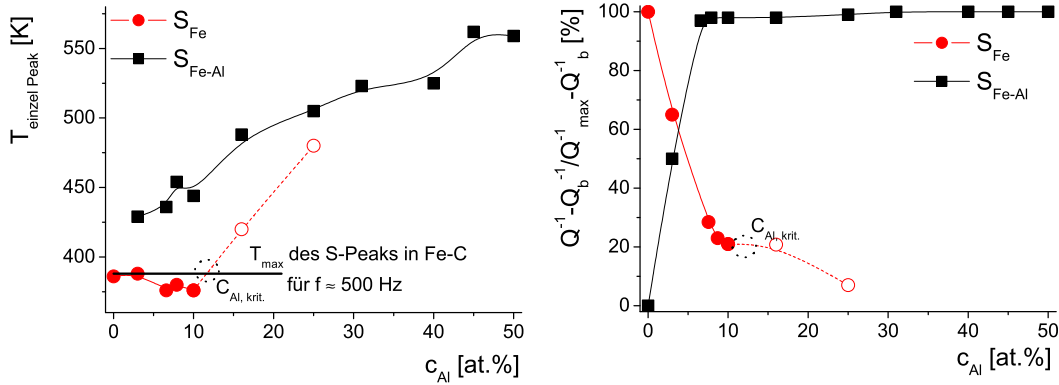


ABB. 3.22: S-Peak: Temperatur und Höhe in Abhängigkeit von c_{Al} .

Die Komponente des S-Peaks, die zu reinem Eisen gehört, wird immer an einer ähnlichen Temperaturposition (bei ca. 390 K) beobachtet. In reinem Eisen, bei $c_{Al} = 0\%$, ist kein Peak für S_{Fe-Al} zu sehen. Dieser wird erstmalig bei einer Konzentration von $c_{Al} = 3\text{ at.}\%$ beobachtet und liegt dort 42 K über dem des S_{Fe} -Peaks. Bis zu einer Aluminiumkonzentration von 10 at.% kann ein Peak an der reinen Eisenposition gefittet werden. Bei $c_{Al} = 16\text{ at.}\%$ verschiebt sich mit zunehmendem c_{Al} der erste angefittete Peak zu höheren Temperaturen. Der Gesamtpeak sollte hier nicht mehr mit zwei Kurven angefittet werden, deshalb ist hier nur eine gestrichelte Linie zu den Punkten gezogen worden. Die mit zwei Kurven angefitteten Peaks lassen jedoch eine bessere Bestimmung der kritischen Konzentration zu. Der kritische Wert für c_{Al} , bei dem der S_{Fe} -Peak verschwindet, kann so zu $c_{Al,krit} \approx 12\%$ Al abgeschätzt werden.

Das rechte Diagramm in Abbildung 3.22 zeigt die normierte Peakhöhe über der Al-Konzentration. Ein sehr starkes Abfallen bzw. Ansteigen der Höhe des S_{Fe} - bzw. S_{Fe-Al} -Peaks ist zwischen $c_{Al} = 0$ und 7 at.% zu sehen. Danach tendiert der S_{Fe} -Peak zu einem 'konstanten' Wert zwischen $c_{Al} = 10$ und 16 at.%. Mit noch höherem Al-Anteil sinkt die Peakhöhe weiter ab. Die kritische Konzentration von 12 at.% Al ist kurz nach dem 'Knick' bei 9 at.% Al zu finden.

Über $c_{Al} > 12\text{ at.}\%$ ist es nicht mehr ratsam mit zwei Debye-Peaks zu fitten. Dies wird an dieser Stelle nur gezeigt, um die kritische Konzentra-

tion besser festzulegen. Es wird davon ausgegangen, dass es sich bei der Aufspaltung des Peaks in zwei Komponenten um zwei unterschiedliche Typen von Snoek-Effekten handelt. Der erste Peak bei 383 K wird dem Eisen-Snoek-Effekt zugeordnet, d.h. einem Sprung des C-Atoms in reiner Fe-Umgebung. Der zweite Peak, der bei einer Fe-Al Legierung hinzukommt und sich dann immer weiter zu höheren Temperaturen verschiebt, wird durch den Einfluss des hinzukommenden Aluminiums hervorgerufen, das die Umgebung des C-Atoms ändert und das eine zusätzliche Bindungsenergie zum C-Atom einbringt, so dass sich die Aktivierungsenergie für den Sprung des C-Atoms leicht erhöht.

Der S_{Fe} -Peak tritt bei einer Konzentration von $> 12\%$ nicht mehr auf. Hieraus kann gefolgert werden, dass das C-Atom nicht nur durch seine unmittelbare Nachbarschaft beeinflusst wird, sondern auch durch weiter entfernte Atome. Um diese Entfernung abzuschätzen wurde die unmittelbare Umgebung des C-Atoms für eine ungeordnete Verteilung, wie sie in der A2-Phase (Abb. 3.2 auf Seite 45) vorliegt, ausgerechnet. Als Verteilungsfunktion für ungeordnete Systeme gilt:

$$P_i = \frac{n! c_{Al}^i (1 - c_{Al})^{(n-i)}}{i! (n - i)!}, \quad (3.4)$$

mit P_i als Wahrscheinlichkeit i Al-Atome in der betrachteten Schale (mit n Atomen) bei einer Konzentration c_{Al} von Aluminium zu finden.

Die ersten sieben Schalen um ein C-Atom auf einem Zwischengitterplatz sind in Tabelle 3.3 zusammengefasst und in Abbildung 3.23 dargestellt.

Schale	Abstand (r)	Anzahl der Atome mit Abstand = r	Anzahl der Atome (n) mit Abstand $\leq r$
1.	$a/2$	2	2
2.	$\sqrt{2} \cdot a/2$	4	6
3.	$\sqrt{5} \cdot a/2$	8	14
4.	$\sqrt{6} \cdot a/2$	8	22
5.	$\sqrt{9} \cdot a/2$	2	24
6.	$\sqrt{9} \cdot a/2$	8	32
7.	$\sqrt{10} \cdot a/2$	8	40

TABELLE 3.3: Abstände und Atomanzahl um ein C-Atom.

In Tabelle 3.3 fällt auf, dass für die 5. und 6. Schale der gleiche Abstand gilt. Auf dem Radius der 5. und 6. Schale von $\sqrt{9} \cdot a/2$ ergibt sich eine

Atomanzahl von 10 Atomen. Die Aufspaltung in 5. und 6. Schale wurde von M. Koiwa [Koi71] übernommen. Sie ist so gewählt worden, dass die beiden Atome, die in Konjunktion mit einem weiteren Atom aus der ersten Schale stehen, die 5. Schale und die anderen 8, die in 'direkter' Verbindung zum C-Atom stehen, die 6. Schale bilden.

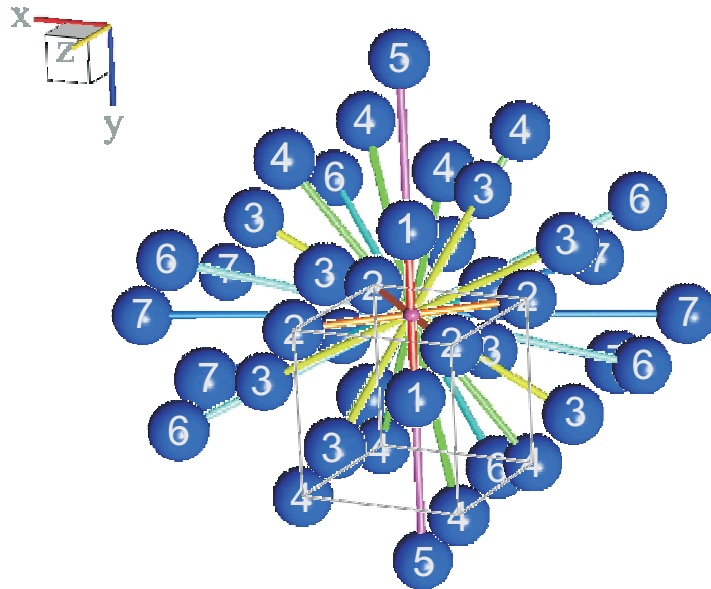


ABB. 3.23: Sieben Schalen um ein C-Atom.

Als Beispiel soll die erste Schale (unmittelbare Nachbarn des C-Atoms) erklärt werden. Für sie ergibt sich, mit einem Abstand von $a/2$ die Wahrscheinlichkeitsverteilung von drei Möglichkeiten, wie in Abhängigkeit von der Al-Konzentration in Abbildung 3.24 dargestellt:

1. kein Al-Atom zu finden ($i = 0$), \Rightarrow eine reine Fe-Umgebung.
2. ein Al-Atom zu finden ($i = 1$), \Rightarrow ein Fe- und ein Al-Atom.
3. zwei Al-Atome zu finden ($i = 2$), \Rightarrow eine reine Al-Umgebung.

Auf den nächsten Seiten sind die Berechnungen bis zur 6. Schale abgebildet.

1. Schale: $n = 2$; $r \leq a/2$

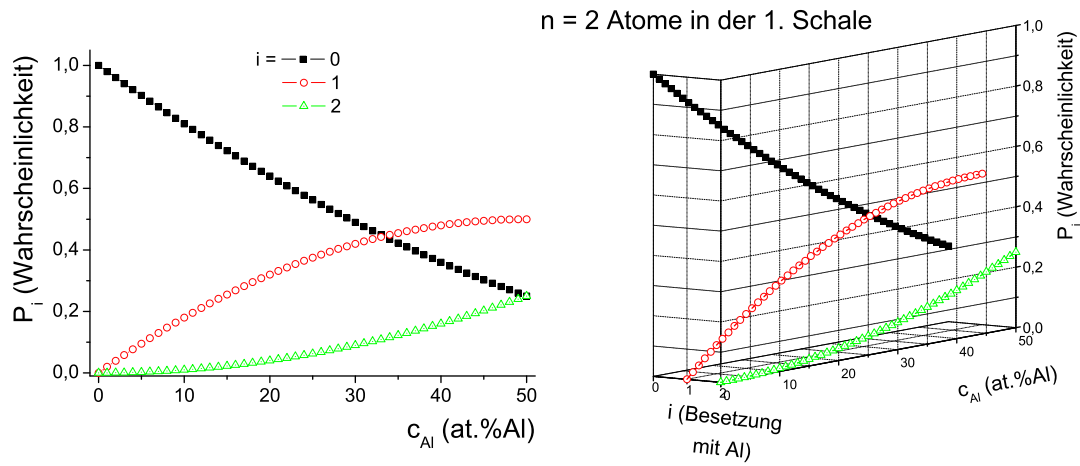


ABB. 3.24: Wahrscheinlichkeit Al-Atome in der ersten Schale zu finden.

2. Schale: $n = 2 + 4 = 6$; $r \leq \sqrt{2} \cdot a/2$

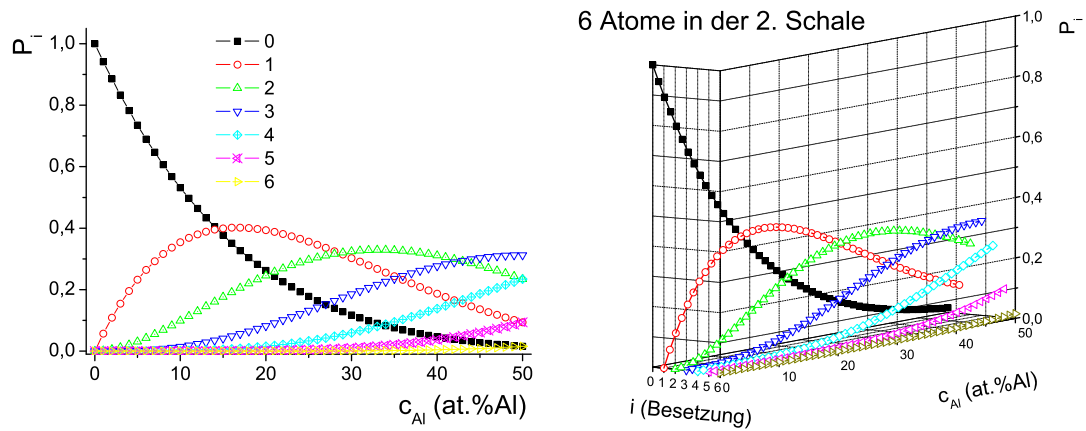


ABB. 3.25: Wahrscheinlichkeit Al-Atome in der zweiten Schale zu finden.

3. Schale: $n = 2 + 4 + 8 = 14$; $r \leq \sqrt{5} \cdot a/2$

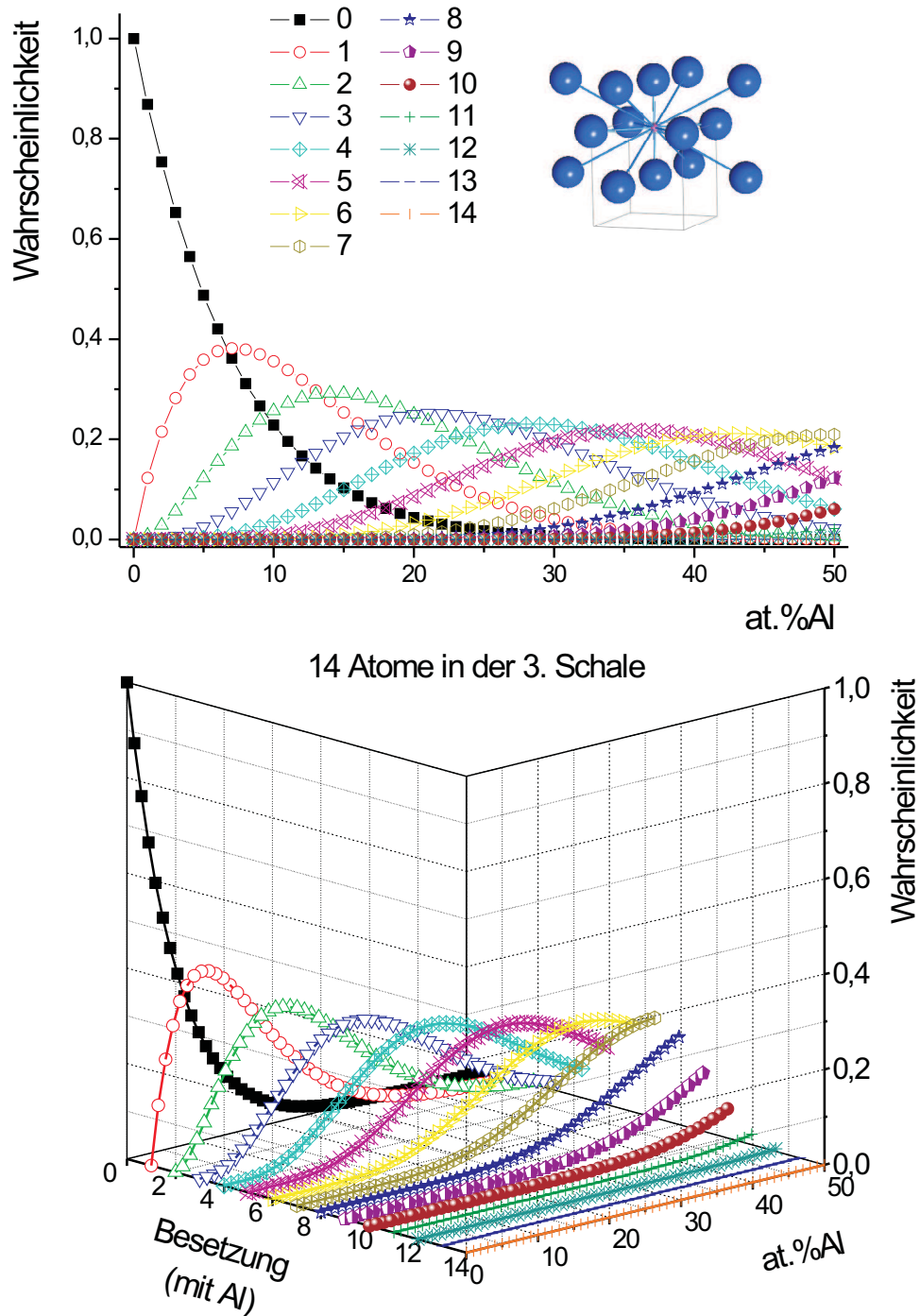


ABB. 3.26: Wahrscheinlichkeit Al-Atome in der dritten Schale zu finden.

4. Schale: $n = 2 + 4 + 8 + 8 = 22$; $d \leq \sqrt{6} \cdot a/2$

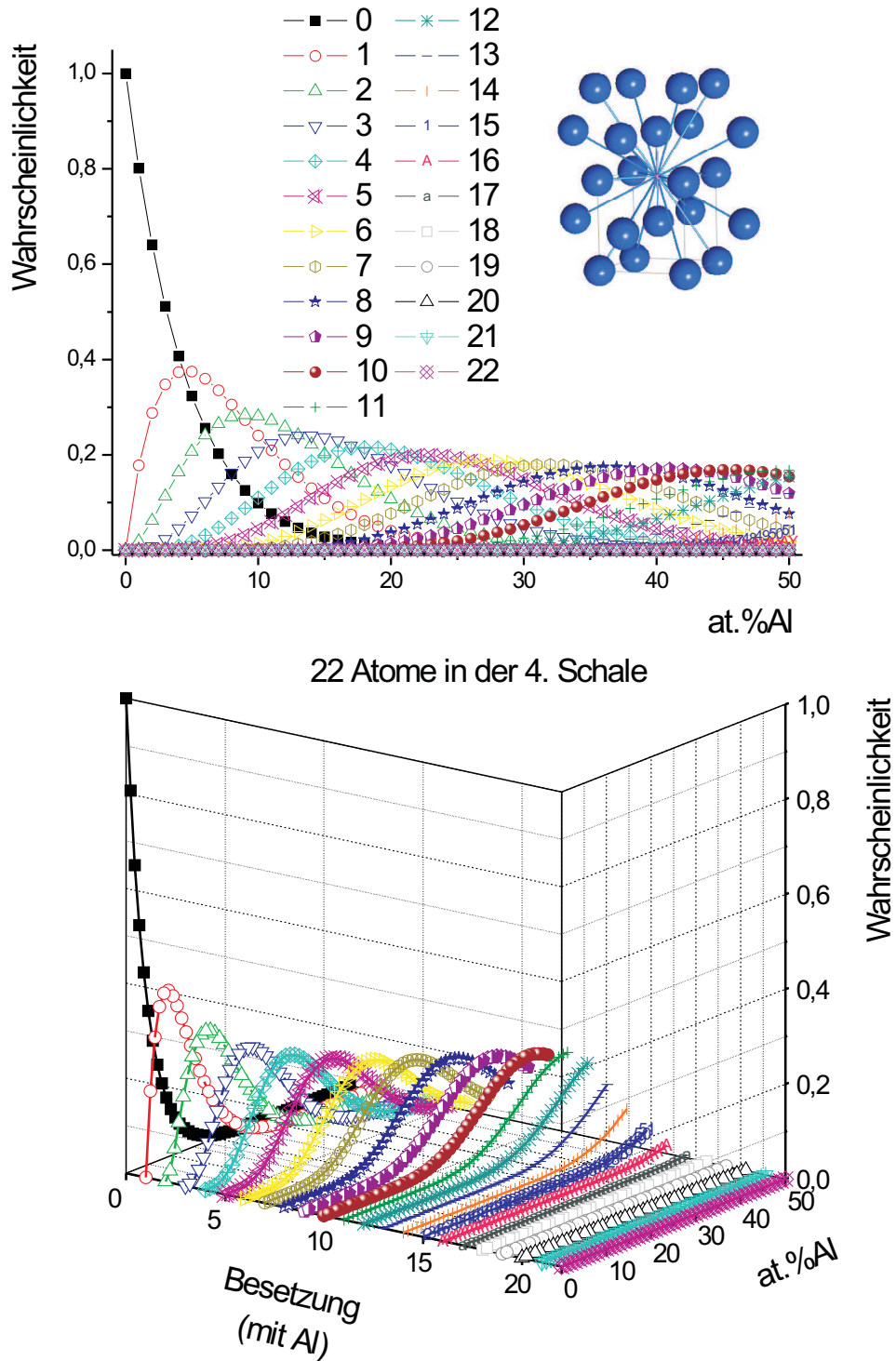


ABB. 3.27: Wahrscheinlichkeit Al-Atome in der vierten Schale zu finden.

5. Schale: $n = 2 + 4 + 8 + 8 + 2 = 24$; $r \leq \sqrt{9} \cdot a/2$

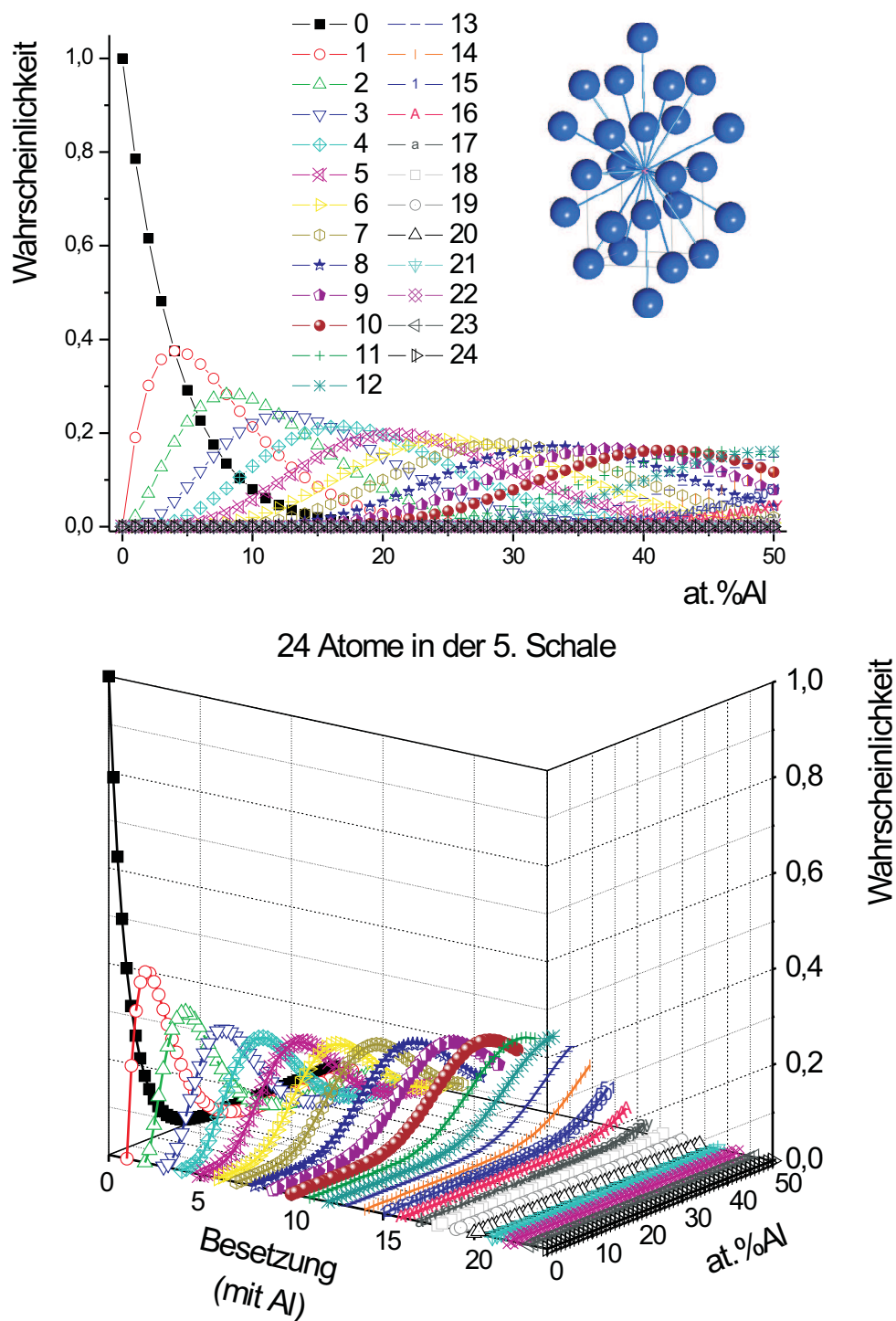


ABB. 3.28: Wahrscheinlichkeit Al-Atome in der fünften Schale zu finden.

6. Schale: $n = 2 + 4 + 8 + 8 + 2 + 8 = 32$; $r \leq \sqrt{9} \cdot a/2$

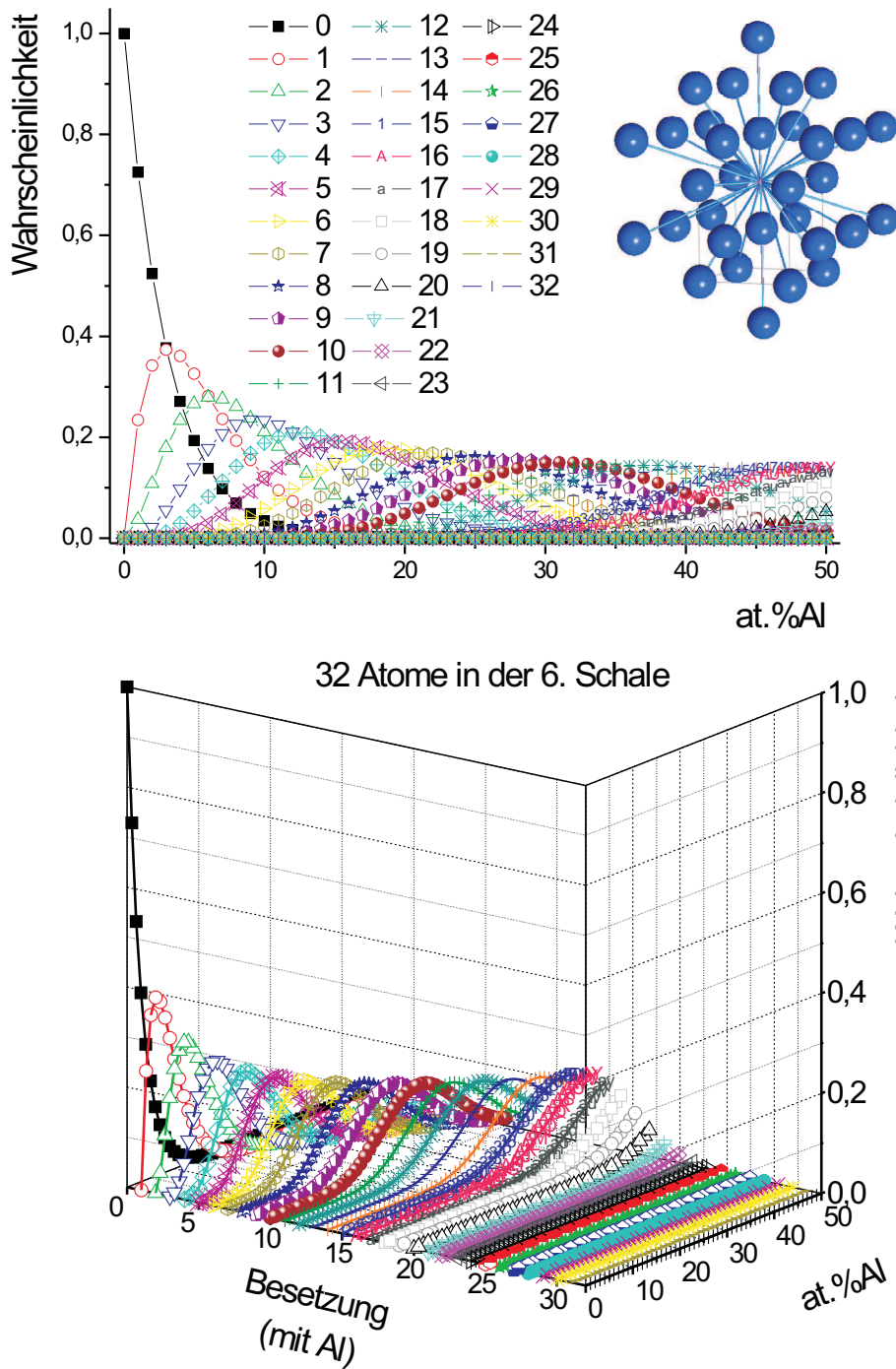


ABB. 3.29: Wahrscheinlichkeit Al-Atome in der sechsten Schale zu finden.

Bei den Verteilungen fällt auf, dass für unterschiedliche Konzentrationen unterschiedliche Möglichkeiten von Umgebungen auftreten. So ist es bei der 6. Schale bei $c_{Al} = 10\%$ unmöglich eine Umgebung von 10 oder mehr Al-Atomen zu finden. Durch diese Verteilung lassen sich Aussagen über die beteiligten Atome treffen. Um dies zu ermöglichen muss erst ein relevanter Radius um das C-Atom bestimmt werden, in dem das C-Atom dem Einfluss eines Al-Atoms unterliegen kann. Dieser wird über die Annahme bestimmt, dass der S_{Fe} -Peak nur bei reiner Eisenumgebung auftritt. Hierfür wurden alle Wahrscheinlichkeiten für $i = 0$, also kein Al-Atom in der Umgebung zu finden, zusammengefasst und mit der Peakhöhe des S_{Fe} -Peaks verglichen.

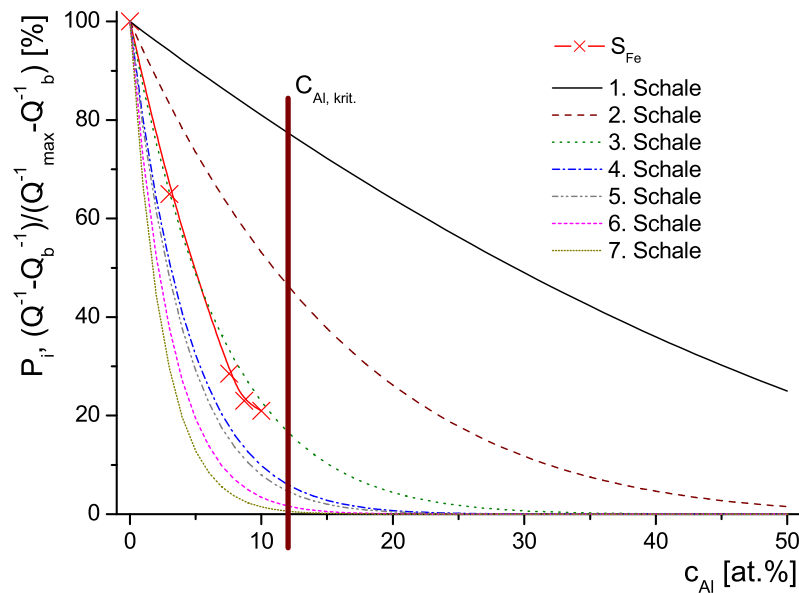


ABB. 3.30: Gegenüberstellung der normierten Peakhöhe und den Wahrscheinlichkeiten in der 1. bis zur 7. Schale kein Al-Atom in der Umgebung des C-Atoms zu finden.

Nimmt man an, dass eine Al-Konzentration unter der kritischen Konzentration von $c_{Al,krit} = 12\%$ für das Auftreten des S_{Fe} -Peaks liegen muss, so können aus der Abbildung 3.30 über unterschiedliche Interpretationen zwei verschiedene Einflussdistanzen als Ober- und Untergrenzen abgeschätzt werden.

Erstens: Geht man von der reinen Wahrscheinlichkeit aus, so lässt sich bei einer Al-Konzentration von 12% bei der 6. Schale ein Wert von 1,8% ($<$ Messempfindlichkeit) ablesen und damit liegt praktisch keine reine Eisenumgebung mehr vor, was bedeutet, dass das C-Atom bis zur

6. Schale vom Aluminium beeinflusst wird. Dies ergibt einen effektiven Einflussradius von $d \leq \sqrt{9} \cdot a/2$.

Zweitens: Wenn man die Peakhöhe der normierten, angefitteten S_{Fe} -Peaks mit der Wahrscheinlichkeit für die 3. Schale vergleicht, so fällt auf, dass bis zu einer Al-Konzentration von 10 % die Punkte sehr gut übereinander liegen. Diese Überlegung führt zur Bestimmung der 3. Schale als die, in der das C-Atom noch beeinflusst wird. Daraus resultiert ein effektiver Beeinflussungsradius von $d \leq \sqrt{5} \cdot a/2$ als untere Grenze.

Dass die normierte Peakhöhe des S_{Fe} -Peaks sehr gut mit der Wahrscheinlichkeitskurve für die 3. Schale zusammenpasst, kann aber auch ein Zufall sein, deshalb wird eher von der 6. Schale mit einer Distanz von $d \leq \sqrt{9} \cdot a/2$ ausgegangen.

Im Vorangegangenen wurde eine ungeordnete Verteilung um das C-Atom angenommen, wie es in der A2-Phase der Fall ist. Eine Fe-Al Legierung beginnt bei ca. 18 %Al in die geordnete $D0_3$ -Phase überzugehen (siehe Phasendiagramm Abb. 3.2 auf Seite 45). Diese ist zwar für die Betrachtung nicht relevant, da bei einer Konzentration von 16,6at.% Al kein Peak mehr auf der Temperaturposition des S_{Fe} -Peaks auszumachen ist, aber bei 12at.%Al könnte schon eine Nahordnung vorliegen, was die Wahrscheinlichkeitsverteilung modifizieren würde.

Bislang wurde die Umgebung in einer Fe-Al-Legierung vom Standpunkt des C-Atoms aus betrachtet. Im Folgenden soll aus Plausibilitätsgründen die Umgebung aus dem Blickwinkel des Al-Atoms untersucht werden. Dazu wird folgende Überlegung vorangestellt: als geordnet kann in einer Fe-Al Legierung die $D0_3$ -Phase angenommen werden, sie ist vollständig bei Fe_3Al und bedeutet, dass die Al-Atome auf dem Untergitter einen möglichst weiten Abstand untereinander haben (Abb. 3.31b). Als zweite vollständig geordnete Zusammensetzung ist die B2-Phase bei einer Konzentration von FeAl (Fe-50Al) realisiert (Abb. 3.31a). Halbiert man nun die Fe-25Al Konzentration auf 12,5Al, indem man Al-Atome im $D0_3$ durch Fe ersetzt und die Regel anwendet, dass die Al-Atome möglichst weit voneinander entfernt sein sollen, bekommt man Abbildung 3.31c, die wieder als geordnet angesehen werden kann. In der geordneten B2-Struktur (FeAl) haben die Al-Atome untereinander einen Abstand von a und das C-Atom hat immer in der ersten oder zweiten Schale Al-Atome als Nachbarn (maximaler Abstand zum C-Atom $\sqrt{2} \cdot a/2$ - Abb. 3.31a). In der $D0_3$ -Struktur beträgt der Abstand der Al-Atome $\sqrt{2} \cdot a$, während

das C-Atom in der ersten oder zweiten Schale ein Al-Atom aufweist (maximaler Abstand zum C-Atom $\sqrt{2} \cdot a/2$ - Abb. 3.31b).

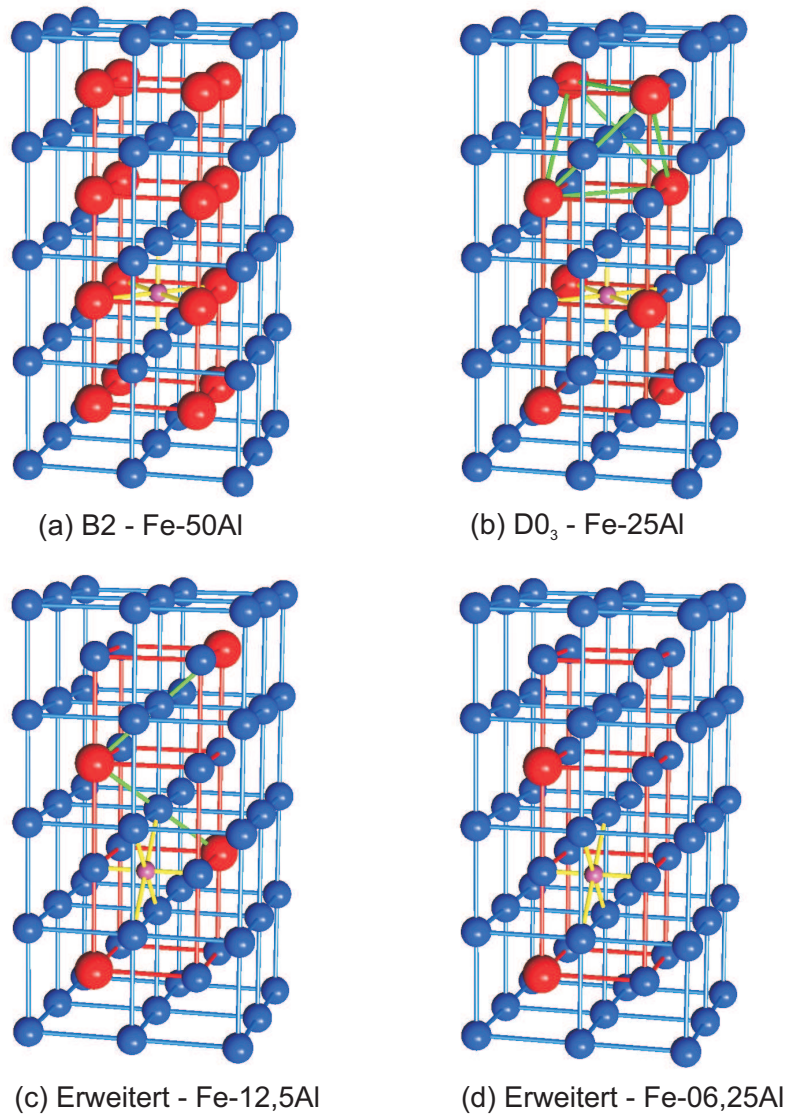


ABB. 3.31: Unterschiedliche geordnete Strukturen.

In der erweiterten Struktur Fe-12,5at.%Al besitzen die Al-Atome einen Abstand von $\sqrt{3} \cdot a$ und das C-Atom hat in der ersten, zweiten oder dritten Schale ein Al-Atom als Nachbarn (maximaler Abstand zum C-Atom $\sqrt{5} \cdot a/2$ Abb. 3.31c). Wird die Legierung weiter zu Fe-6,25Al ausgedünnt, so ergibt sich Abbildung 3.31d. Hier liegen die Al-Atome $2 \cdot a$ auseinander und der maximale Abstand, den ein C-Atom einnehmen kann, beträgt $\sqrt{9} \cdot a/2$. Dies entspricht der 5. Schale. Zeichnet man diese Punkte auf, so ergibt sich ein Verlauf wie in Abbildung 3.32 dargestellt.

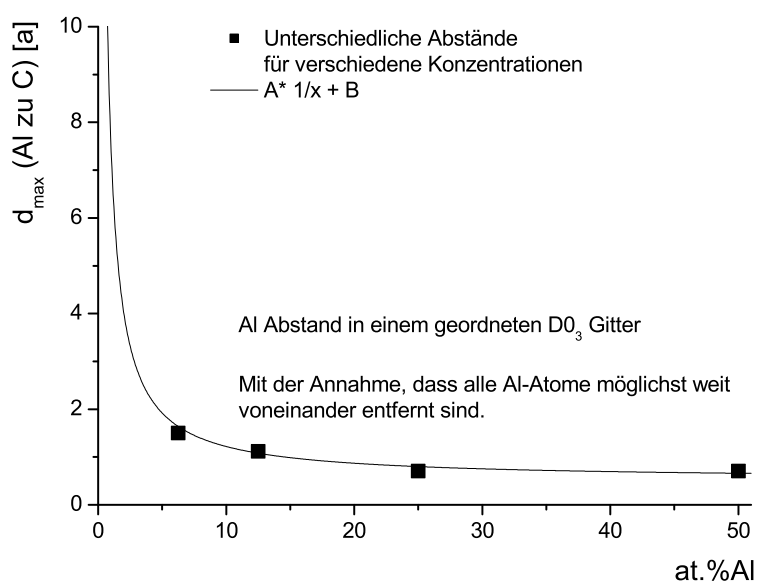


ABB. 3.32: Maximale Abstände a von Al zu C in einer geordneten Legierung.

Da davon ausgegangen wird, dass die kritische Konzentration bei ca. 12at.%Al liegt, würde dies in einer geordneten Legierung bedeuten, dass der Einflussradius der C-Atome bei der 3. Schale ($\sqrt{5} \cdot a/2$) liegt. Für eine ungeordnete Legierung, wie sie bei Fe-Al bei 12,5at.%Al vorliegt, sollte der Abstand größer sein. Diese Überlegung kann folglich als unterste Abschätzung angesehen werden. Der Einfluss, dem ein C-Atom unterliegt, wird somit zwischen der 3. Schale und der 6. Schale liegen. Im Simulationsabschnitt 3.4.6 auf Seite 87 wird darauf hingewiesen, dass in einer Simulation, die sinnvolle Ergebnisse erzielen soll, mindestens ein Al-C Wechselwirkungsabstand bis zur 6. Schale angenommen werden muss.

Verknüpft man beide Überlegungen so lässt sich auch die Erhöhung der Peakbreite und AE deuten. Abbildung 3.33 zeigt sowohl die mit der Analyse-Gleichung 3.3 bestimmte Peakbreite (β) als auch die AE. Am Anfang nimmt die Peakbreite des S_{Fe-Al} -Peaks stark zu, bis sie zwischen 8 und 16at.%Al ihr Maximum erreicht hat. Dann fällt sie ab, bis sie bei > 27 at.%Al einen nahezu konstanten Wert annimmt. Dieses Phänomen kann über die in der Umgebung des C-Atoms befindlichen Al-Atome erklärt werden. Bei reinem Eisen gibt es nur *eine* Peakbreite, da nur *eine* Umgebung möglich ist. Bei ca. Fe_3Al ist die Peakbreite größer als bei reinem Eisen, da hier zwei C-Atompositionen möglich sind.

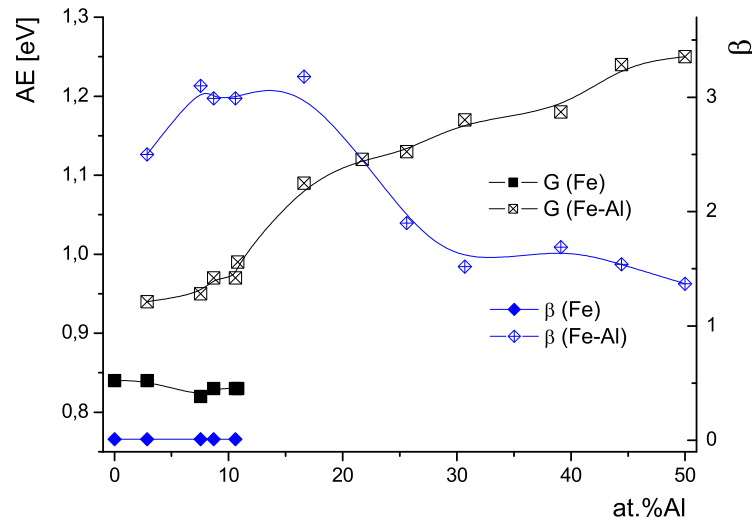


ABB. 3.33: AE und β des Snoek-Peaks in Fe-Al.

Der Wert bleibt bis Fe-50Al konstant (Abb. 3.32 c & d). Für die ungeordnete Legierung (≤ 16 at.%Al) kann die stark erhöhte Peakbreite über verschiedene Umgebungswahrscheinlichkeiten erklärt werden. Nimmt man als Beispiel 10 at.%Al, lässt sich für die 6. Schale aus Abbildung 3.29 eine Umgebungswahrscheinlichkeitsstruktur ablesen, in der 7 unterschiedliche Anzahlen von Al-Atomen vorkommen. Es könnten 1 bis 7 Atome Aluminium in der Umgebung bis zur 6. Schale sein, dies würde bedeuten, dass mindestens 7 unterschiedliche Debye-Peaks entstehen, da für alle 7 Konfigurationen unterschiedliche AE auftreten sollten. Es sind sicher sogar noch mehr Debye-Peaks vorhanden, da die genaue Position der Al-Atome nicht festgestellt werden kann und der Einfluss der Al-Atome mit unterschiedlichen Entfernungen zum C-Atom unterschiedlich groß ist. Daher erscheint es sinnvoll, von einer kontinuierlichen Verteilung (\Rightarrow Verbreiterung) auszugehen.

Die AE steigt mit Zunahme des Aluminiumanteils in der Legierung stark an, bedingt durch die große Veränderung der Umgebung. Später verlangsamt sich der Prozess, da die Einflußnahme des Al bereits fortgeschritten ist, die Umgebung ist mit Al gesättigt.

Die Erhöhung der Peaktemperatur bedeutet eine Zunahme der Aktivierungsenergie. Dies weist darauf hin, dass mit steigendem Al-Gehalt sich die Sprungpotenzialhöhen (Abb. 2.7 auf Seite 23) verändern. Aluminium erhöht das Sprungpotenzial und wirkt sich nicht nur auf seine unmittelbaren Nachbarn aus. Die genannte Erhöhung ist mit der Tendenz zur

Bildung eines Al-haltigen Carbids [Bal04] [PS01] verträglich.

Vergleich zur Literatur

Untersuchungen von Fe-Al Legierungen unter Berücksichtigung der Al-Konzentration wurden schon 1966 von V.W. Jäniche et al. [JBH66], H. Hotta [HI66] und 1971 von K.J. Tanaka [Tan71] durchgeführt. Die Daten von Tanaka wurden mittels [Lov96] digitalisiert, mit [SG05] analysiert und sind in Abbildung 3.34, wie in Abschnitt 3.4.5 auf Seite 68 normiert und gefittet dargestellt. Zur besseren Visualisierung wurden die Daten bei 11at.%Al getrennt.

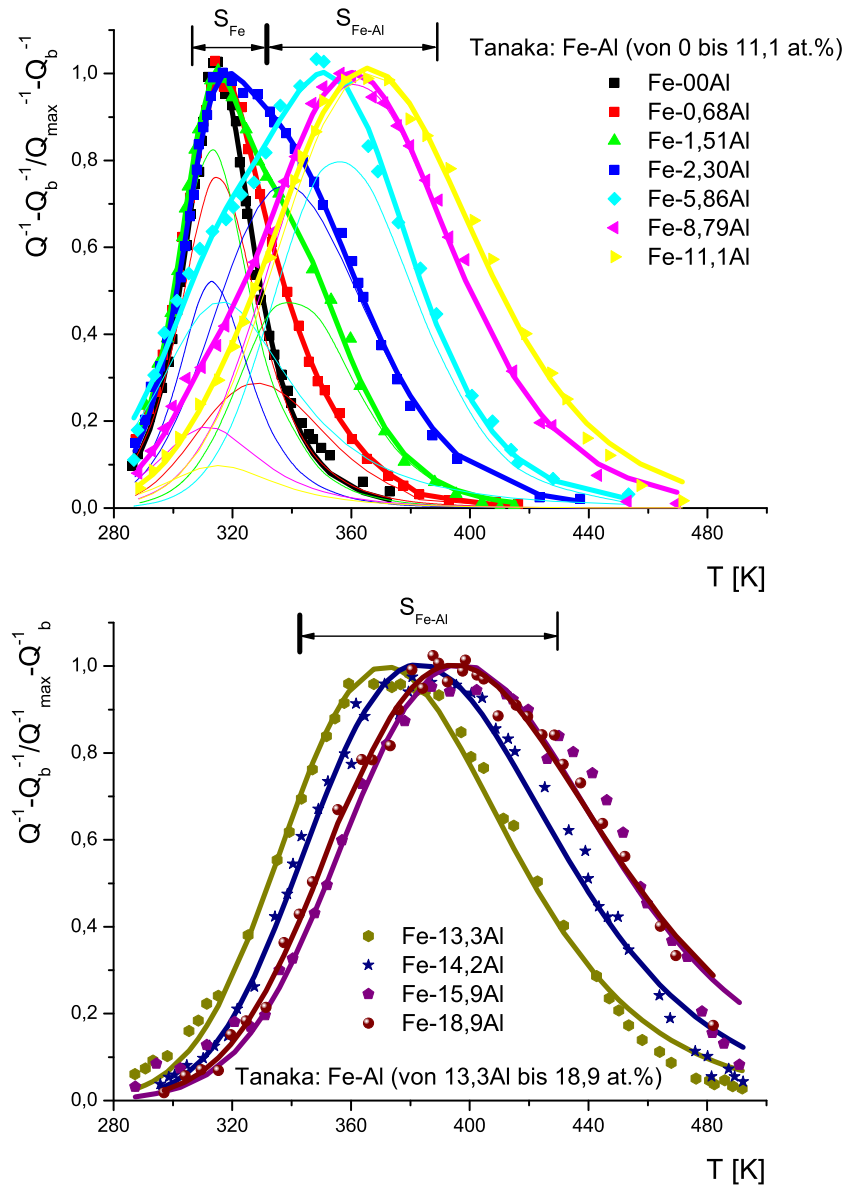


ABB. 3.34: Normierter S-Peak aus [Tan71] ($f \approx 1$ Hz).

Die so erhaltenen Daten für Peaktemperatur und Peakhöhe für $f = 1$ Hz wurden zu denen in Abbildung 3.22 auf Seite 71 (bei $f = 500$ Hz) hinzugefügt und ergeben Abbildung 3.35. Die Verschiebung der Peaktemperaturen ist trivial und auf die unterschiedlichen Frequenzen zurückzuführen.

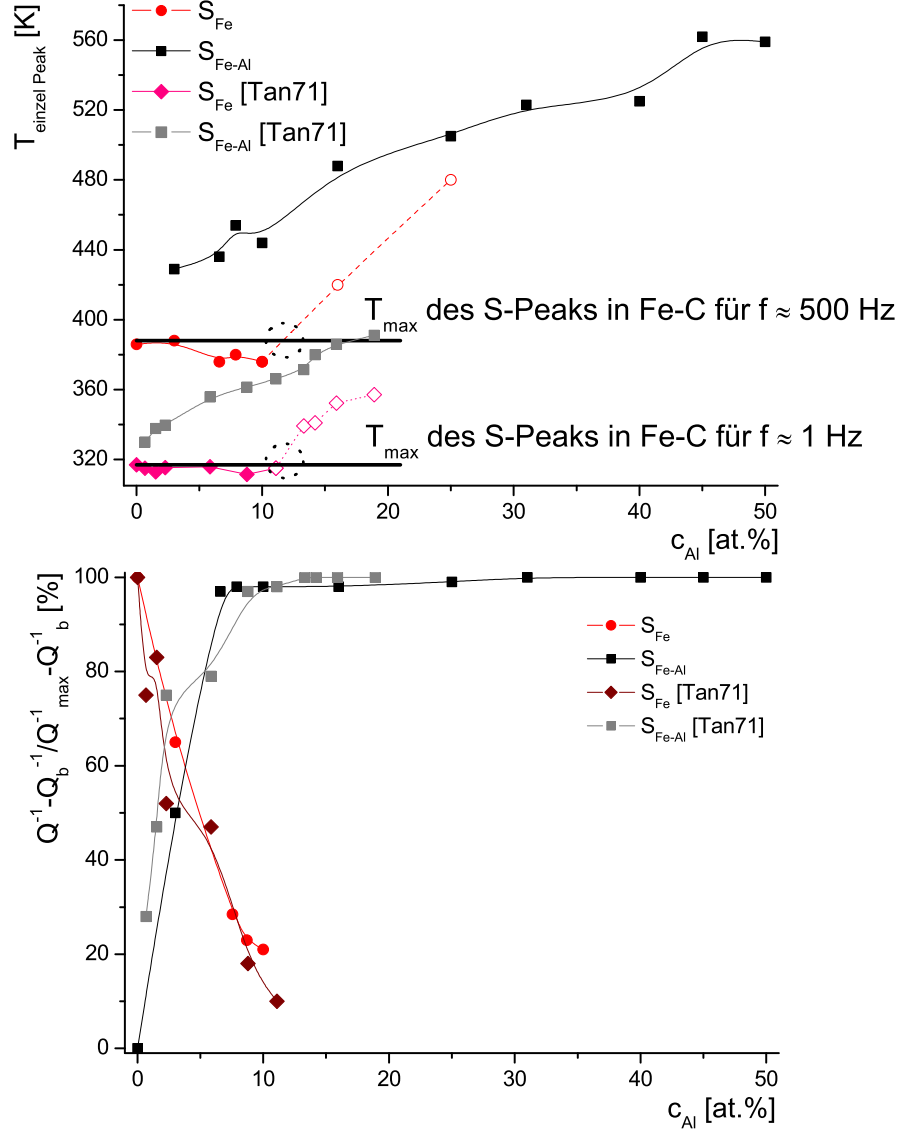


ABB. 3.35: Temperatur und Höhe in Abhängigkeit von c_{Al} im Vergleich zur Literatur.

Der schon in Abschnitt 3.4.5 auf Seite 68 ermittelte kritische Wert von 12 at.-%Al für das Verschwinden des S_{Fe} -Peaks wurde ebenfalls gefunden, bei Hotta [HI66] wird er zu 7 % angegeben, aber diese Aussage ist eindeutig zu tief, da der S_{Fe} -Peak bei 10 % noch klar auszumachen ist. Bei den Messungen von [JBH66] lässt sich ein kritischer Wert von 12 at.-%Al abschätzen. Das Verschwinden des Peak bei $c_{Al} \geq 12$ % wird von Tanaka

nicht erklärt.

Die Ergebnisse der Analyse der Peakbreite von Tanakas Daten wird in Abbildung 3.36 zusammengefasst und zusätzlich wurden aus [GPRM03] Peakbreiten eingefügt.

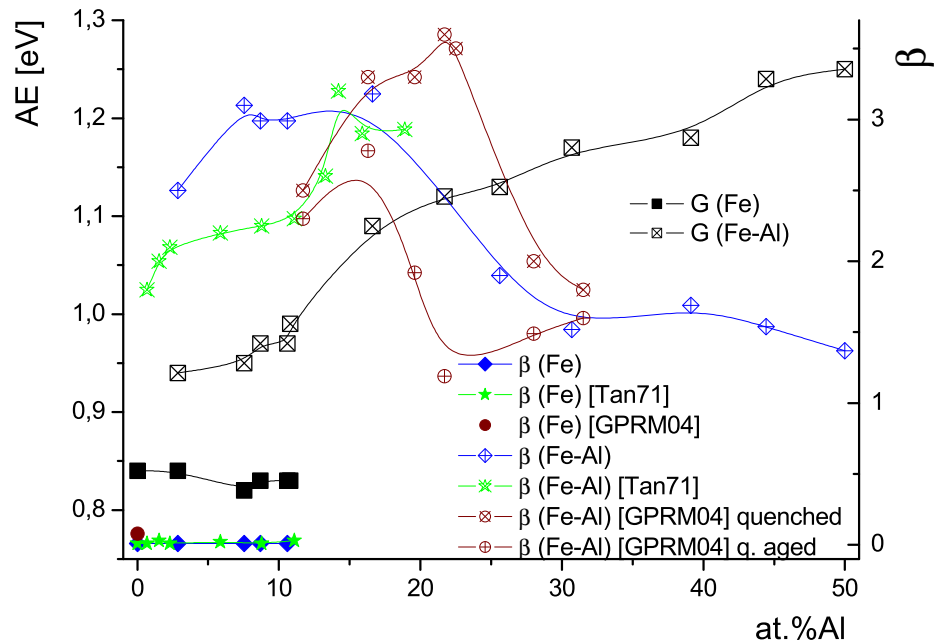


ABB. 3.36: AE und β des Snoek-Peaks im Vergleich mit Literaturwerten.

Die Erhöhung der Peakbreite von reinem Fe bis zu 18-24at.%Al ist bei allen Proben gut auszumachen. Der unterschiedliche Verlauf der Daten von [GPRM03] in abgeschrecktem bzw. gealtertem Zustand, lässt sich über die unterschiedliche Ordnung des Systems erklären. Im gealterten Zustand hatte die Probe mehr Zeit vom ungeordneten A2-/B2-Zustand in den geordneten D0₃ Zustand überzugehen. Der geordnete Zustand hat nur zwei verschiedene C-Umgebungen, hingegen beim ungeordneten Fe-25Al gibt es, wenn man einen Einflussabstand bis zur 6. Schale annimmt, mindestens 10 unterschiedliche Umgebungen mit unterschiedlichen AE, welche zu einer Verbreiterung der Peakbreite führen. Tanaka gibt eine Erklärung für die erhöhte Peakbreite bei Fe₃Al, die durch die geänderte C-Umgebung motiviert wird. Er geht ebenfalls von zwei Konfigurationen aus: Al in der 1. Schale bzw. 2. Schale.

Sowohl die kritische Konzentration als auch die Peakbreite finden sich also in älteren Messungen wieder, die damals noch nicht entsprechend analysiert worden sind.

3.4.6 Vergleich mit Simulationen

Für die innere Reibung von Fe-Al-Legierungen wurden von Golovin und Blanter Simulationen durchgeführt [GBP⁺98], [Gol00], [GBM01]. Für die Relaxation von Punktdefekten mit langreichweitiger Beeinflussung gibt es keine bewährte Theorie [Cor93]. Es gibt einige ähnliche Arbeiten für den Fall von interstitiellen und substitutions-Atomen [Koi71], [Koi74], [NK97], welche aber nicht für einen Mischkristall mit komplexer Verteilung gelöster Atome und langreichweitiger Wechselwirkung brauchbar sind. Es ist aber notwendig die langreichweitige elastische und chemische Wechselwirkung zu berücksichtigen. Eine entsprechende Methode wird in [BF92], [Bla94], [GBS97] beschrieben. Die wichtigste Annahme dieser Methode ist, dass die innere Reibung durch eine Summe von Debye-Verteilungen für jedes p -te Atom (hier Kohlenstoff) dargestellt und gemäß

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{T} \sum_{p=1}^N \frac{\omega \tau_p}{1 + \omega^2 \tau_p^2}, \quad (3.5)$$

bestimmt wird. N ist die Zahl der C-Atome im Modellkristall, $\omega = 2\pi f$ ist die Kreisfrequenz der Oszillation ($f = 1$ Hz), δ die Relaxationsstärke pro Kohlenstoffatom (in der 3. Annahme wird vorausgesetzt, dass die Relaxationsstärke für jedes C-Atom gleich ist, deshalb kann δ vor die Summe gezogen werden) und τ_p die Relaxationszeit für jedes p -te Atom,

$$\tau_p = \tau_0 \cdot e^{\frac{H_p}{k_B \cdot T}}, \quad (3.6)$$

mit H_p als Aktivierungsenthalpie des Einzelsprungs jedes p -ten Atoms und mit τ_0 als exponentiellem Vorfaktor der Relaxationszeit. Das Teilen von δ durch T ergibt die bekannte Temperaturabhängigkeit der Relaxationsstärke.

Weitere Annahmen für die Berechnung der inneren Reibung sind folgende:

1. Die langreichweitige Wechselwirkung von C-C und C-Al beeinflusst die Anordnung der C-Atome, indem sie eine kurzreichweitige Ordnung der Kohlenstoffverteilung bewirkt, die Energie der C-Atome auf dem Oktaederzwischengitterplatz um ΔE_p verändert und folglich die Diffusionsbarriere H_p des p -ten Atoms ändert. Eine schematische Darstellung

des Energieschemas für das C-Atom vor dem Sprung wird in Abbildung 3.37 gezeigt.

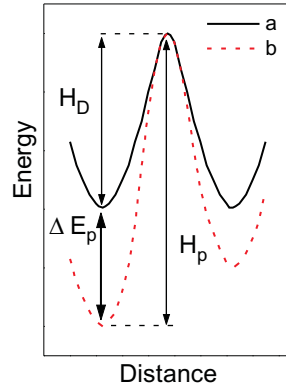


ABB. 3.37: Schema der Diffusionsbarriere für ein gelöstes Atom a) ohne Wechselwirkung b) mit Wechselwirkung mit Al-Atomen [GBP⁺98].

Die Diffusions-AE des p -ten Atoms ist gegeben durch

$$H_p = H_D - \Delta E_p, \text{ mit } (\Delta E_p < 0). \quad (3.7)$$

H_D ist vergleichbar mit der Diffusions-AE eines interstitiellen Atoms in einem Mischkristall ohne Aluminium, also in reinem Eisen. In der Simulation wurde $H_D = 0,83 \text{ eV}$ benutzt. Dieser Wert ist nach neuen Messungen etwas zu gering, $0,87\text{-}0,89 \text{ eV}$ werden angenommen [MF96].

2. Der exponentielle Vorfaktor τ_0 der Relaxationszeit τ wird als unabhängig von der gelösten Wechselwirkung betrachtet. Diese Annahme wird durch die Tatsache gestützt, dass die Werte von τ_0 für ähnliche Relaxationsprozesse bei unterschiedlichen Mischkristallen nahezu im selben Bereich liegen und dass die Werte von τ_0 der Snoek-Relaxation auf dem substitutionellen Atomgehalt beruhen [IBC87]. In der Simulation wurde der Wert für Kohlenstoff in $\alpha\text{-Fe}$ von $\tau = 5,8 \cdot 10^{-15} \text{ s}$ genommen, dies kommt den Werten in Fe-Al-Legierungen sehr nahe (Tab. B.3 & B.4).

3. Jedes C-Atom hat die selbe Relaxationsstärke δ .

Um das innere Reibungsspektrum für bcc Legierungen zu simulieren haben sich diese Annahmen als ausreichend erwiesen (vgl. [GBS97], [GBM01], [BM03]).

Monte Carlo Simulation

Für die Bestimmung der kurzreichweitigen Ordnungskonfiguration, ΔE_p und H_p , wurden von Blanter [GBP⁺98] Monte Carlo Simulationen durchgeführt.

Leicht bewegliche C-Atome wurden zufällig auf Oktaederzwischengitterplätze verteilt. Der simulierte Kristall hatte eine Größe von $12 \times$

$12 \times 12 a^3$, mit a als Gitterparameter und periodischen Randbedingungen. Unbewegliche Al-Atome wurden für ungeordnete Legierungen (A2) zufällig und für geordnete Legierungen ($D0_3$) auf einem Supergitter verteilt.

Der Hamiltonian χ des Systems ist gleich der Summe aller Paarwechselwirkungsenergien [Kha83]

$$\chi = \frac{1}{2} \left\{ \sum_{p,j} W^{(C-C)}(r_p - r_j) C(r_p) C(r_j) + \sum_{p,m} W^{(C-Al)}(r_p - r_m) C(r_p) C(r_m) \right\} \quad (3.8)$$

Die Vektoren r_p und r_j beschreiben die Position des Oktaederzwischen-gitterplatzes, r_m die Position des Hauptgitters, $W^{(C-C)}(r_p - r_j)$ und $W^{(C-Al)}(r_p - r_m)$ sind die Energien der C-C und C-Al Wechselwirkung und $C(r)$ Besetzungszahlen für die Oktaederzwischen- oder Hauptgitterplätze. Es gilt für $C(r) = 1$, wenn der Platz besetzt ist oder $C(r) = 0$ wenn der Platz unbesetzt ist. Da sich bei den simulierten Temperaturen die Hauptgitteratome nicht bewegen können, wurde ihre Interaktion nicht berücksichtigt. Es wird weiterhin angenommen, dass die Wechselwirkung zwischen C-Fe keine Rolle spielt, da sie keinen Beitrag zur Änderung der Entropie liefert und in die Rechnung als Konstante H_D eingeht. Die elastische Wechselwirkungsenergie, die elastischen Konstanten und die Ausdehnung der Gitterkonstante wurden berücksichtigt.

Es ergibt sich für Gleichung 3.7 ein ΔE_p zu

$$\Delta E_p = \left\{ \sum_j W^{(C-C)}(r_p - r_i) C(r_i) + \sum_m W^{(C-Al)}(r_p - r_m) C(r_m) \right\}, \quad (3.9)$$

welches die Änderung der Grundenergie H_p des Snoek-Peaks beschreibt. In der Simulation wurde eine C-Konzentration von 0,1 at.% angenommen, welche ungefähr um das 5-fache höher ist als die C-Konzentrationen der gemessenen Proben. Die Wechselwirkung zwischen Al-C mit unterschiedlichem Abstand wird in Tabelle 3.4.6 dargestellt.

Es ist besonders anzumerken, dass in der ersten und zweiten Schale um das Al-Atom eine sehr starke Anziehung vorherrscht (- Anziehung, + Abstoßung).

Eine wichtige Erkenntnis aus den Simulationen ist, dass sie nur sinnvolle Resultate liefern, die mit experimentellen Ergebnissen vergleichbar sind,

$\frac{r_i - r_m}{a/2}$	100	110	120	211	300	122
Schale	1	2	3	4	5	6
$\frac{ r_i - r_m }{a/2}$	0,5	0,71	1,19	1,22	1,5	1,5
Energie	-0,151	-0,147	-0,027	+ 0,38	-0,022	+0,006

TABELLE 3.4: Spannungsinduzierte Paarwechselwirkungen eines substitutionellen Atoms welches sich an Position $r_m = 0,0,0$ befindet.

wenn die Wechselwirkung bis mindestens zur sechsten Schale berücksichtigt wird. Dies passt sehr gut mit dem Ergebnis aus Abschnitt 3.4.5 auf Seite 70 zusammen, in der ein möglicher Al-C Wechselwirkungsabstand bis zur sechsten Schale bestimmt wurde.

Errechnet man die Energien für unterschiedliche Al-Konzentrationen, so ergibt sich Abbildung 3.38.

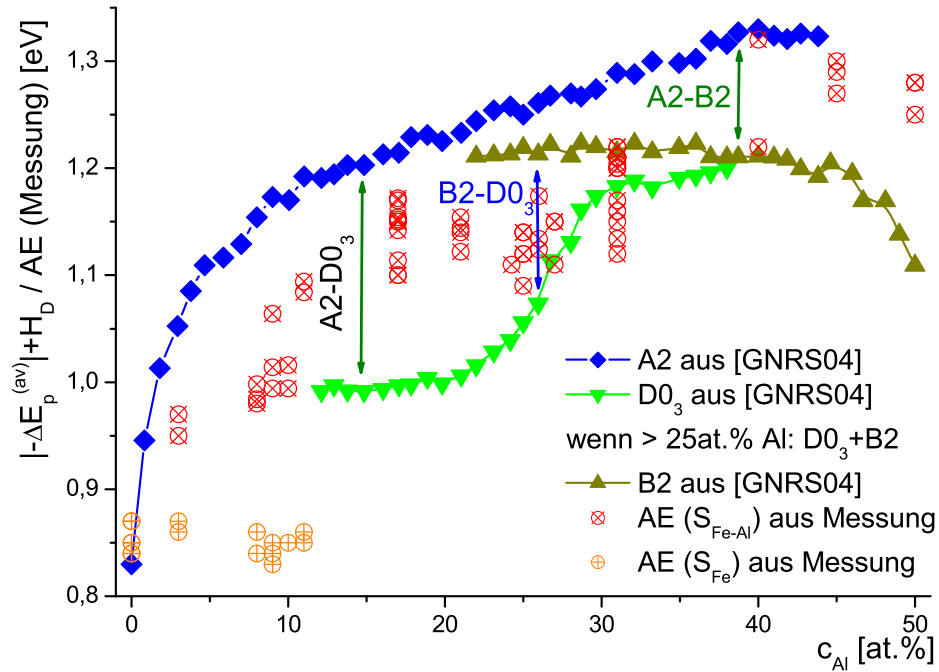


ABB. 3.38: Vergleich AE Simulation und Messung.

Hierbei wurde der Betrag für ΔE und $H_D = 0,83 \text{ eV}$ addiert, um auf eine Gesamtaktivierungsenergie zu kommen. Die gemessenen Aktivierungsenergien (\otimes) liegen etwas unter den simulierten Energien, aber es sind ähnliche Werte und Tendenzen zu erkennen. Dass die Werte nicht exakt auf einer A2, B2 oder $D0_3$ Simulation liegen, hängt damit zusammen, dass sich in den gemessenen Proben nicht nur ein Phasengebiet

eingestellt hat (es sind meist Mischphasen) und damit, dass in der Simulation von einer AE für den S_{Fe} und S_{Fe-Al} ausgegangen wurde, in den Messungen bis 12at.%Al aber zwei Aktivierungsenergien gefunden wurden. Die Tendenz einer am Anfang schnell und dann langsamer steigenden Aktivierungsenergie ist sowohl bei den simulierten, als auch bei den gemessenen Werten gut zu sehen, hervorgerufen durch eine Sättigung der C-Umgebung mit Al.

3.4.7 Ergebnis

Es konnten folgende Zusammenhänge für den S-Peak gezeigt werden:

- Der S-Peak ist thermisch aktiviert.
- Die Peakhöhe ist linear von der Kohlenstoffkonzentration abhängig.
- Höhe und Aussehen des S-Peaks sind abhängig von der thermischen Behandlung.
Unterschiedliche Behandlungen erzeugen unterschiedliche Grade von „freiem“ d.h. interstitiell gelöstem Kohlenstoff.
- Die beteiligten Punktdefekte der S-Relaxation heilen thermisch aus.
- Durch isotherme Messungen konnte die Entwicklung der Peakhöhe in Abhängigkeit von der Zeit untersucht werden. Hierbei deuten sich bei Eisen-Aluminium zwei Abläufe an, die bei der Carbidbildung eine Rolle spielen.
- Die Evolution des S-Peaks von reinem Eisen und in Fe-Al-Legierungen bis zu einer Konzentration von 50at.%Al konnte gezeigt werden. Hierbei wurde erkannt, dass die AE des Sprungs des freien Kohlenstoffs durch unterschiedliche Umgebungen beeinflusst wird.
- Ein Al-C Wechselwirkungsabstand bis zur 6. Schale konnte abgeschätzt werden, welcher durch simulierte Ergebnisse bestätigt wird.
- Ein Vergleich von simulierten und gemessenen AE zeigt ähnliche Werte und Tendenzen.

Alle Ergebnisse deuten darauf hin, dass es sich beim S-Peak um eine Snoek-artige Relaxaktion handelt. Als wesentlich kann eingestuft werden, dass der Snoek-Typ-Mechanismus für Konzentrationen bis zu Fe-50Al als dämpfungserzeugender Grund gefunden wurde. Zusätzlich ist zu betonen, dass das Aluminium in der Umgebung des C-Atoms die Aktivierungsenergie des Peaks heraufsetzt, indem aufgrund der chemischen Affinität von Al und C (etwa Bildung von FeAlC Carbid) das zu überwindende Sprungpotenzial erhöht wird.

3.5 X-Peak

Der X-Peak wurde ertmalig 1996 in der Literatur bei Rokhmanov [RS96] diskutiert. Das Auftreten dieses Peaks wurde später von mehreren Gruppen bestätigt (Damson et al. [Dam98], [SDM⁺97] & [HOS97], Golovin [Gol02b], [GPZG02], Nagy [Nag02], [NHKN02] und Strahl [Str02]). Weitere Veröffentlichungen, die diesen Peak zeigen sind [BSF⁺96] (als Korngrenzen-Effekt gedeutet), [HOS97] (als $D0_3$ - $B2$ Übergang erklärt) [Rok00], [Rok01], [BHRA04].

Die Interpretationen des X-Peaks nach Rokhmanov und Damson sollen im Folgenden vorgestellt und geprüft werden.

Andere Interpretationen

1. Nach *Rokhmanov et al.* [Rok00], [BHRA04] handelt es sich um einen Snoek-Typ-Effekt (Sprünge von C-Atomen), der in der $B2$ -Phase auftritt. Aufgrund des strukturellen Nichtgleichgewichtes kommt es zu Kohlenstoffsprüngen in einer tetragonalen Phase. Gestützt wird die Aussage durch Röntgenmessungen von Rokhmanov & Hamana, die in Abbildung 3.39 gezeigt werden.

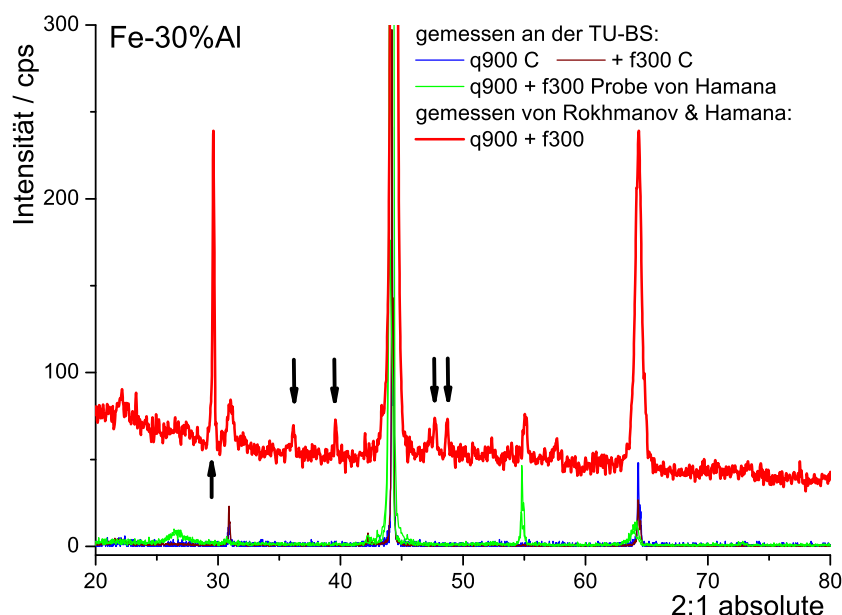


ABB. 3.39: Vergleich von Röntgenmessungen an Fe-30Al.⁷

Die Pfeile deuten die Nichtgleichgewichtszustände an.

⁷Messungen an der TU BS von Dr. H. Bremers.

Röntgenmessungen an Fe-30Al Proben (Abb. 3.39 [Bremers und Golovin]) deuten jedoch darauf hin, dass die, von Rohkmanov vermutete, „tetragonale Nichtgleichgewichts-Phase“ sich nicht gebildet hat, obwohl ein deutlicher X-Peak gemessen wurde.

Anomalien der Röntgenmessungen (Pfeile in Abbildung 3.39 deuten die Nichtgleichgewichtszustände an) von Rohkmanov könnten vielleicht auf ein Messproblem zurückgeführt werden, das diese Reflexe als „Artefakte“ hervorruft, da auch Röntgenmessungen von D. Mukherji, A. Rivière und D.G. Morris die Ergebnisse von Rohkmanov und Hamana nicht bestätigen. Sie zeigen ein ähnliches Verhalten wie die Messungen von Bremers.

2. Nach *Damson et al.* [SDM⁺97] bzw. [Dam98] handelt es sich um Reorientierungen von Leerstellen- oder Fe-Leerstellen-Komplexen. Im System Fe-Al mit B2-Ordnung ist eine hohe thermische Leerstellenkonzentration zu erwarten. Sie wird durch die niedrigen Leerstellenbildungsenthalpien (0,85 eV bei 50 at.%Al - 1,12 eV bei 25 at.%Al [EM00]), die deutlich unter den Migrations-Enthalpien (1,75 eV bei 50 at.%Al - 1,3 eV bei 25 at.%Al [EM00]) liegen, begünstigt. Gestützt wird diese Hypothese durch die Beobachtung, dass die Bildungsenthalpie von Leerstellen in etwa der Aktivierungsenthalpie des X-Peaks (bei Damson $\sim 1,7$ eV) entspricht.

Die Erklärung von Damson et al. für den X-Peak geht von Leerstellen aus, berücksichtigt aber keine interstitiellen Fremdatome, wie z.B. Kohlenstoff. Es wird aber in Abschnitt 3.5.2 gezeigt werden, dass der Peak eindeutig von der Kohlenstoffkonzentration abhängt. Das alleinige Vorhandensein von Leerstellen genügt nicht, um den X-Peak zu erzeugen. Wie in Abschnitt 3.4 und 3.4.2 gezeigt, kann bei Legierungen, in denen der Kohlenstoff durch Carbidbilder gefangen ist, kein X-Peak nachgewiesen werden, obwohl die Leerstellenkonzentration die gleiche Höhe hat wie die der Legierungen ohne Carbidbilder (Tab. 3.1). Auch eine Interaktion von Fe-Leerstellen ist unwahrscheinlich, da diese von den interstitiellen Fremdatomen weitgehend unbeeinflusst wäre.

Beide Interpretationen führen zu keiner vollständigen Erklärung des X-Peaks, da sowohl die Röntgenmessung von Rohkmanov und Hamana nicht bestätigt, als auch die Kohlenstoffabhängigkeit von Damson nicht

erklärt werden kann. Die vorliegende Arbeit befürwortet daher die Behauptung von I.S. Golovin [GPRM03], dass es sich beim X-Peak um eine Leerstellen-Kohlenstoff-Wechselwirkung handelt.

Untersuchte Fragestellungen

Eine mögliche Erklärung für die X-Relaxation ist, dass in krz Kristallen gelöste Fremdatome mit Leerstellen interagieren und Fremdatom-Leerstellenkomplexe bilden, die einen Dämpfungspeak erzeugen (Absch. 2.4.1).

Um zu bestätigen, dass es sich bei dem Peak bei Temperaturen von $T \approx 680$ K in Abbildung 3.4 auf Seite 50 um einen X-Peak handelt, werden folgende Fragestellungen diskutiert:

1. Ist der X-Peak thermisch aktiviert?
Dies wird in Abschnitt 3.5.1 beantwortet.
2. Welche Auswirkungen haben unterschiedliche Konzentrationen von Kohlenstoff auf das Dämpfungsspektrum?
Dieser Frage wird in Abschnitt 3.5.2 auf Seite 97 nachgegangen.
3. Welche Auswirkungen haben unterschiedliche thermische Vorbehandlungen auf die freie Kohlenstoff- und Leerstellenkonzentration?
Die Frage wird in Abschnitt 3.5.3 auf Seite 97 untersucht.
4. Haben unterschiedliche Konzentrationen von Aluminium Auswirkungen auf den X-Peak?
Dieser Frage wird in Abschnitt 3.5.4 auf Seite 99 Rechnung getragen.
5. Sind S- und X-Peak unabhängig voneinander?
Dies wird in Abschnitt 3.5.5 auf Seite 100 erläutert.

Simulierte und gemessene Ergebnisse werden in Abschnitt 3.5.6 auf Seite 101 verglichen.

3.5.1 Variation der Resonanzfrequenz

Um zu überprüfen ob der X-Peak thermisch aktiviert ist, werden Messungen bei drei unterschiedlichen Frequenzen verglichen (Abb. 3.40). Da

der Peak sich auf der Temperaturskala mit höheren Frequenzen zu höheren Temperaturen verschiebt, kann davon ausgegangen werden, dass der Peak thermisch aktiviert ist. Durch einen Arrhenius-Plot (Inset in Abb. 3.40) kann eine AE von $G_X = 1,78 \pm 0,12 \text{ eV}$ mit einem $\tau_0 = 6,7 \cdot 10^{-18} \text{ s}$ ermittelt werden. Weitere AE des X-Peaks anderer Proben finden sich in Tabelle B.5 auf Seite 161. Ein weiterer wichtiger Hinweis auf den Mechanismus ist in Abbildung 3.40 zu erkennen, wenn man die unterschiedlichen Höhen des Peaks betrachtet.

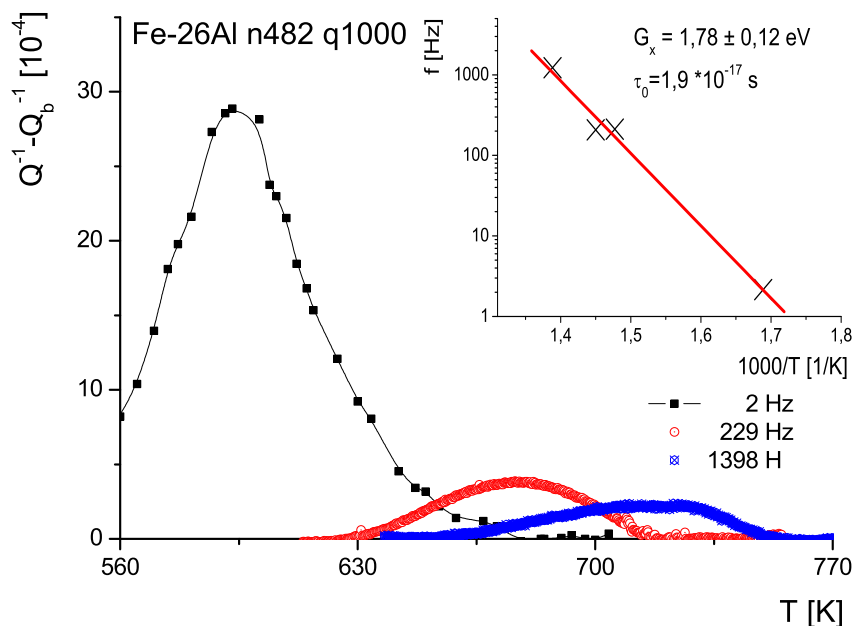


ABB. 3.40: Unterschiedliche Resonanzfrequenzen.

Der Peak ist bei der kleinsten Frequenz ($2 \text{ Hz} \hat{=} 28 \cdot 10^{-4}$) sehr hoch und nimmt mit zunehmender Frequenzen stark ab. Bei allen Messungen wurde ungefähr mit 1 K/min geheizt. Die Verkleinerung des Peaks zeigt eindeutig ein thermisches Ausheilen der beteiligten Punktdefekte.

Thermische Leerstellen annihilieren bei höheren Temperaturen schneller und freier Kohlenstoff geht schneller aus der Lösung, indem er Carbide bildet. Ein Vergleich der Frequenzabhängigkeit des X-Peaks mit der des S-Peaks in Abbildung 3.5 auf Seite 55 zeigt, dass die Abnahme beim S-Peak kleiner ist, als beim X-Peak. Wird angenommen, dass es sich beim S-Peak um einen Snoek-artigen Mechanismus handelt, bei dem vor allem die Konzentration des freien Kohlenstoffs eine Rolle spielt, so lässt sich aus dem schnelleren Abnehmen des X-Peaks bei höheren Temperaturen schließen, dass neben dem Kohlenstoff ein weiterer Punktdefekt eine Rol-

le spielt. Es könnte sich dabei um thermische Leerstellen handeln. Auf diese Vermutung wird an späterer Stelle noch einmal Bezug genommen.

3.5.2 Variation des Kohlenstoffanteils

Um die Auswirkungen unterschiedlicher Konzentrationen von Kohlenstoff auf den X-Peak zu untersuchen, wurden bei ähnlichen Fe-Al-Konzentrationen unterschiedliche Anteile Kohlenstoff beigemischt. Für vergleichbare Auswirkungen wurden die Messungen nach gleicher thermischer Vorbehandlung der Proben und bei ähnlichen Resonanzfrequenzen durchgeführt. In Abbildung 3.41 werden die Ergebnisse exemplarisch an zwei Legierungen gezeigt.

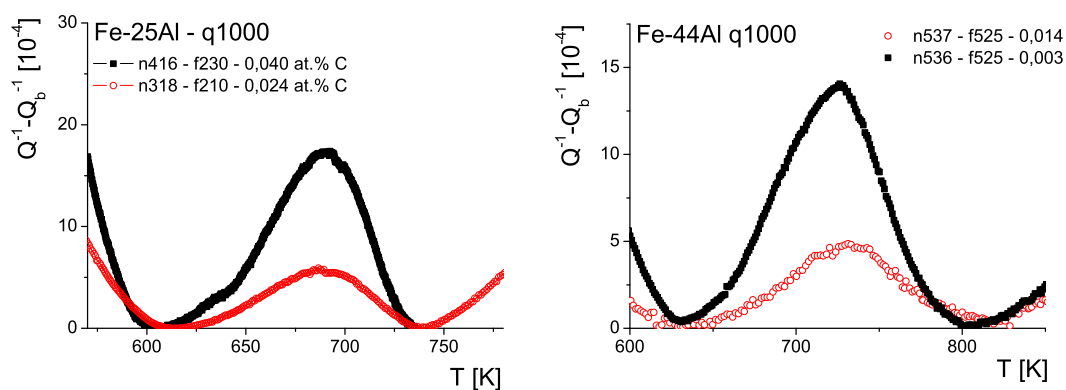


ABB. 3.41: Variation des C- Anteils beim X-Peak.

Bei beiden Legierungen ist eine deutliche Abhängigkeit von der Kohlenstoffkonzentration auszumachen. Die C-Abhängigkeit ist ein Hinweis darauf, dass interstitiell gelöste Fremdatome (hier: Kohlenstoff) eine Rolle spielen: Je höher die C-Konzentration, desto höher der Peak.

3.5.3 Variation der thermischen Behandlung

Der Frage, ob unterschiedliche Wärmebehandlungen Einfluss auf den X-Peak haben, soll nun nachgegangen werden. Leider streuen bei hohen Temperaturen die Messwerte. Zur Illustration wurde je eine Linie durch die Messwerte von f900 und q1050 in Abbildung 3.42 gelegt.

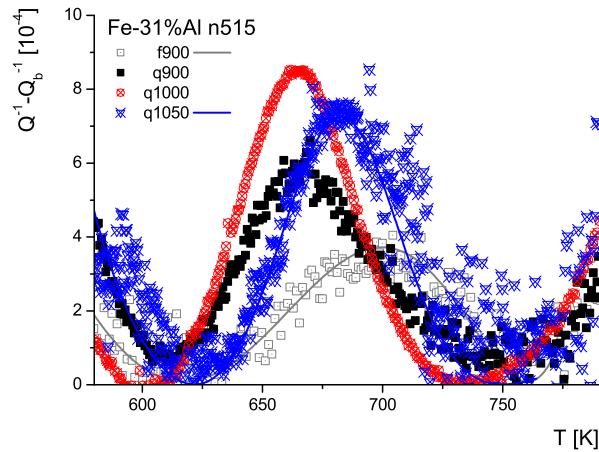


ABB. 3.42: X-Peakhöhe von der Fe-31Al Probe nach thermischer Vorbehandlung. Die Linie dient der übersichtlicheren Illustration der Daten.

Es ist zu erkennen, dass die Probe mit der langsamsten Abkühlung (f900) den kleinsten Peak besitzt. Die q1000- und q1050-Messung zeigen eine ähnliche Höhe von ungefähr $8 \cdot 10^{-4}$. In Abbildung 3.43 wird in Abhängigkeit der Abschrecktemperatur T_q die Peakhöhe Q^{-1} gezeigt, die aus Messungen mit unterschiedlicher thermischer Vorbehandlung resultiert.

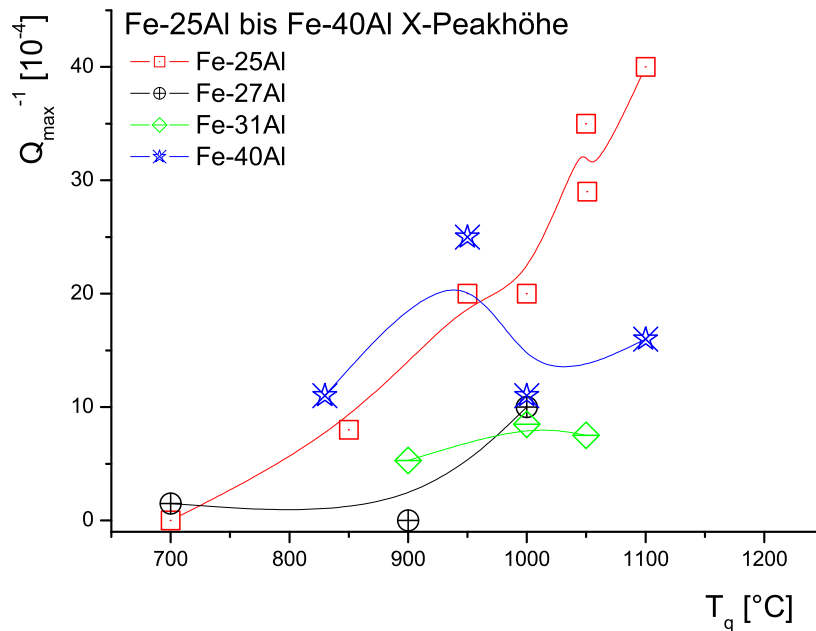


ABB. 3.43: X-Peakhöhe für unterschiedliche Proben und thermischer Vorbehandlung.

Trotz der stark streuenden Messwerte ist eine klare Tendenz für die Abhängigkeit der Höhe des Dämpfungspeaks von der Abschrecktemperatur erkennbar: Die Peakhöhe wächst mit der Abschrecktemperatur.

Hohe Temperaturvorbehandlungen erzeugen sowohl eine hohe Konzentration von thermischen Leerstellen [SWB92], als auch von freiem Kohlenstoff. Beides wird für die Interpretation des Peaks als X-Mechanismus gebraucht. Bei anderen thermischen Behandlungen, wie etwa dem langsamen Abkühlen während der Vorbehandlung (furnace) ist das Auftreten eines Peaks nicht reproduzierbar, da der Kohlenstoff in Carbiden gefangen ist und die Leerstellen Zeit haben auszuheilen.

Man erkennt, dass die Höhe des Dämpfungspeaks von der Temperaturbehandlung abhängig ist, der X-Peak wächst mit T_q . Es tragen sowohl „freier“ Kohlenstoff, als auch Leerstellen zur Erzeugung des X-Peaks bei.

3.5.4 Variation der Al-Konzentration

Die Untersuchungen an Fe-Al Legierungen mit unterschiedlichen Al-Konzentrationen sollen erklären, ob und wie sich Aluminium auf die Entwicklung des X-Peaks auswirkt. Hierfür sind in Abbildung 3.44 die Dämpfungsspektren des X-Peaks verschiedener Legierungen mit Aluminium zwischen 3 und 50at.% abgebildet.

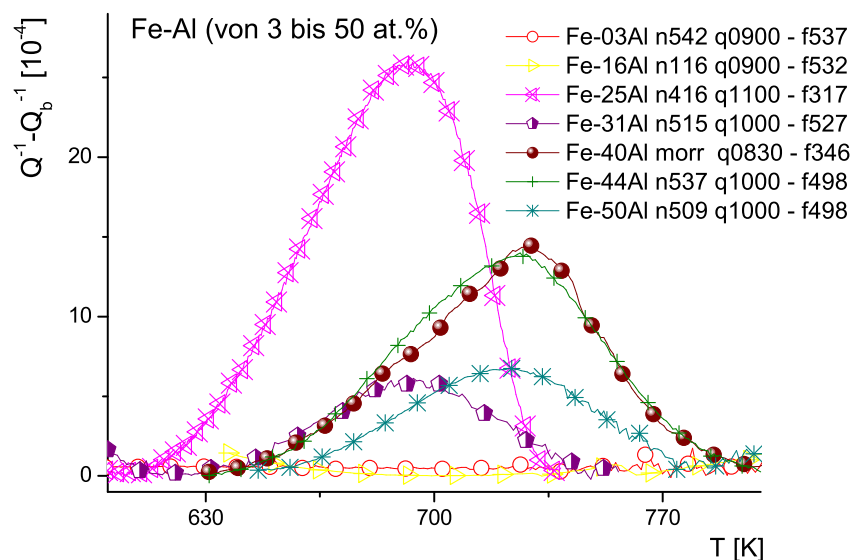


ABB. 3.44: Variation des Al-Anteils beim X-Peak.

Der Peak kann erstmalig bei einer Konzentration von 25at.%Al eindeutig beobachtet werden, was mit früheren Untersuchungen von Nagy [Nag02] übereinstimmt. Unterhalb dieser Al-Konzentration konnte er bei keiner

Messung (Tab. B.3 auf Seite 158 und B.5 auf Seite 161) festgestellt werden. Nach einer Erhöhung der Konzentration über 25 at.% Al kann keine weitere signifikante Abhängigkeit von der Aluminium-Konzentration festgestellt werden. Dass die Peaks nicht alle die gleiche Höhe aufweisen und auf der Temperaturskala nicht auf der gleichen Position liegen, hängt zum einen damit zusammen, dass nicht alle Proben die gleiche thermische Behandlung erfahren haben (Absch. 3.5.3), dass sie keine ähnliche Kohlenstoffkonzentration aufweisen (Absch. 3.5.2) und dass sie nicht bei gleichen Frequenzen gemessen wurden (thermisch aktiviert, siehe Absch. 3.5.1). Drei der Legierungen (Fe-40Al, Fe-44Al, Fe-50Al mit ähnlicher Wärmebehandlung und Messfrequenz) zeigen bei der gleichen Temperaturposition 530 K ihr Maximum.

Es hat den Anschein, dass eine notwendige Bedingung für das Entstehen des X-Peaks eine bestimmte Konzentration von Aluminium ($c_{Al,X} > 25\text{at.}\%$) vorhanden sein muss. Dies weist wiederum auf eine Beteiligung von Leerstellen hin, die vor allem in Fe-Al Legierungen mit hoher Al-Konzentration auftreten [SDM⁺97], [HSKK01], [WFB⁺99]. Eine mögliche Erklärung für den Zusammenhang könnte sein, dass nicht nur thermische Leerstellen eine Rolle spielen, sondern auch, durch die $D0_3$ -Ordnung bedingt, konstitutionelle Leerstellen am Mechanismus beteiligt sind und/oder, dass thermische Leerstellen erst ab dieser kritischen Konzentration thermisch stabil bleiben und nicht vorzeitig ausheilen [BWFH99].

3.5.5 Vergleich S- und X-Peak

Eine Kopplung des S- und X-Peaks kann, wenn überhaupt, erst oberhalb einer Konzentration von $c_{Al,X} \geq 25\text{at.}\%$ auftreten, da hier erstmalig der X-Peak auftaucht. Der Vergleich der Abbildungen 3.6 auf Seite 56 und 3.7 auf Seite 57 mit 3.41 auf Seite 97 zeigt tatsächlich eine Abhängigkeit beider Mechanismen von der freien C-Konzentration. Vergleicht man die Peakhöhe des S-Peaks (Abb. 3.12 auf Seite 61) mit der Peakhöhe des X-Peaks (Abb. 3.43 auf Seite 98) bei verschiedenen thermischen Behandlungen, so ergibt sich Abbildung 3.45.

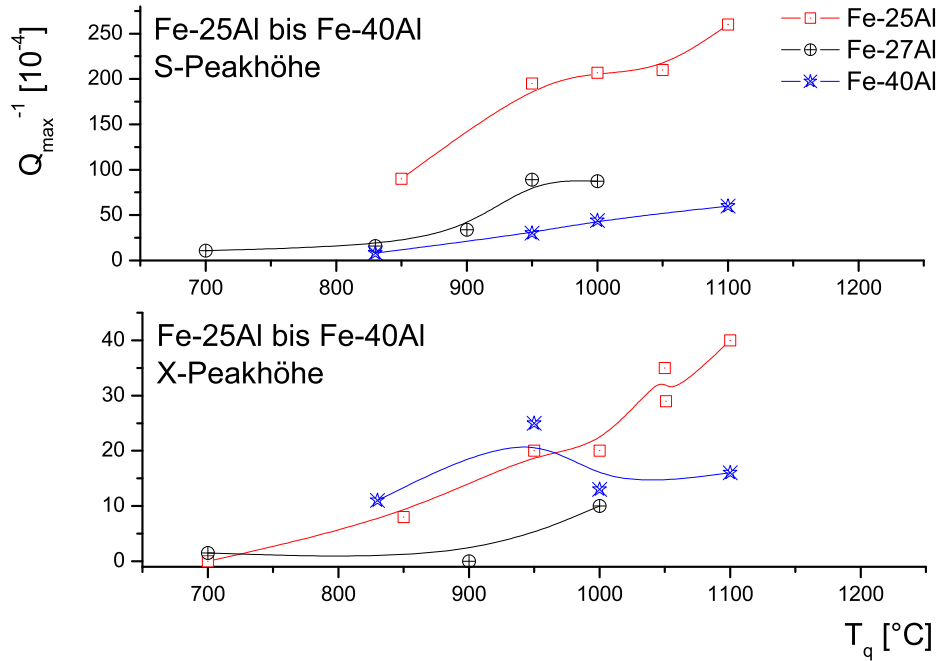


ABB. 3.45: Vergleich der S- und X-Peakhöhe bei unterschiedlichen Proben und thermischen Vorbehandlungen ($f \approx 450$ Hz).

Das Verhältnis $\frac{Q_S}{Q_X}$ bei Fe-25Al und Fe-27Al ist $\approx 6 - 10$, aber bei Fe-40Al ≈ 2 , dies kann mit der sich erhöhenden Leerstellenkonzentration bei höheren Al-Konzentrationen zusammenhängen. Die Kopplung von S- und X-Peak deutet auf eine Verwandtschaft zwischen beiden Mechanismen hin. Es wird angenommen, dass sie in der freien Kohlenstoffkonzentration gesehen werden kann. Je höher die C-Konzentration, desto höher der S- bzw. X-Peak. Abbildung 3.9 auf Seite 59 zeigt, dass carbidbildende Elemente den X-Peak ebenfalls unterdrücken, was wiederum die Rolle des Kohlenstoffs für diesen Peak unterstreicht.

3.5.6 Vergleich mit Simulation

Die Simulationen zum Mechanismus des X-Peaks wurden von Golovin und Blanter [BGS05] durchgeführt. Die Methode ist ähnlich wie bei der S-Peak-Simulation in Abschnitt 3.4.6 auf Seite 87, jedoch kommt beim Hamiltonian aus Gleichung 3.7 noch ein zusätzlicher Term $W^{C-vac}(r_p - r_k)$ für die Kohlenstoff-Leerstellen Wechselwirkung hinzu. Der Hamiltonian ergibt sich aus:

$$\begin{aligned} \chi = \frac{1}{2} \bigg\{ & \sum_{p,j} W^{(C-C)}(r_p - r_j) C(r_p) C(r_j) \\ & + \sum_{p,m} W^{(C-Al)}(r_p - r_m) C(r_p) C(r_m) \\ & + \sum_{p,k} W^{(C-vac)}(r_p - r_k) C(r_p) C(r_k) \bigg\} \end{aligned} \quad (3.10)$$

Die Energie für das p -te Kohlenstoffatom ergibt sich ähnlich Gleichung 3.9 zu:

$$\begin{aligned} \Delta E_p = \frac{1}{2} \bigg\{ & \sum_j W^{(C-C)}(r_p - r_j) C(r_j) + \sum_m W^{(C-Al)}(r_p - r_m) C(r_m) \\ & + \sum_k W^{(C-vac)}(r_p - r_k) C(r_k) \bigg\} \end{aligned} \quad (3.11)$$

Für die Monte-Carlo-Simulation wurden die gleichen drei Annahmen wie für die S-Peak Simulation (Absch. 3.4.6 auf Seite 87) gemacht. Zu den festen Wirtsatomen (Fe und Al) wurde leicht beweglicher Kohlenstoff (0,0235-0,094 at.%) statistisch auf interstitielle Oktaederplätze verteilt. Zusätzlich wurden Leerstellen (0,0235-0,094 %) in den Modellkristall eingebracht. Die unbeweglichen Aluminiumatome wurden mit unterschiedlichen Ordnungsparametern im Modellkristall angeordnet. Der Modellkristall hatte eine Größe von $22 \times 22 \times 22 a^3$ und periodische Randbedingungen. Als Eisen-AE wurde $H = 0,87 \text{ eV}$ mit $\tau_0 = 1,89 \cdot 10^{-15}$ verwendet.

Der Strukturterm für die Innere Energie ist in vergleichbaren Problemen ähnlich [Kha83], das ist der Grund dafür, dass keine Al-Al, Al-Leerstellen oder Leerstellen-Leerstellen Wechselwirkungen in Gleichung 3.10 berücksichtigt werden müssen.

In Abbildung 3.46 werden die mittels Monte-Carlo-Simulation berechneten Dämpfungskurven mit dem Experiment verglichen. Um die Kurven vergleichen zu können wurde der S-Peak als Fixpunkt genommen: Erstens wurde der S-Peak auf eins normiert und zweitens wurden die simulierten und gemessenen Daten auf die maximale S-Peak-Temperatur $T_{S,max}$ normiert⁸ $\left(\frac{T(T)}{T_{S,max}} \right)$. Hierdurch wurde der Einfluss unterschiedlicher Messfrequenzen eliminiert.

⁸Das entspricht Arrhenius-Ansätzen für beide Peaks, mit Annahme gleicher präexponentieller Vorfaktoren und führt zu einer Verschiebung für $S_{1,2}$ und $X_{1,2}$ gemäß $\frac{T_{X,max} - T_{S,max}}{T_{S,max}}$.

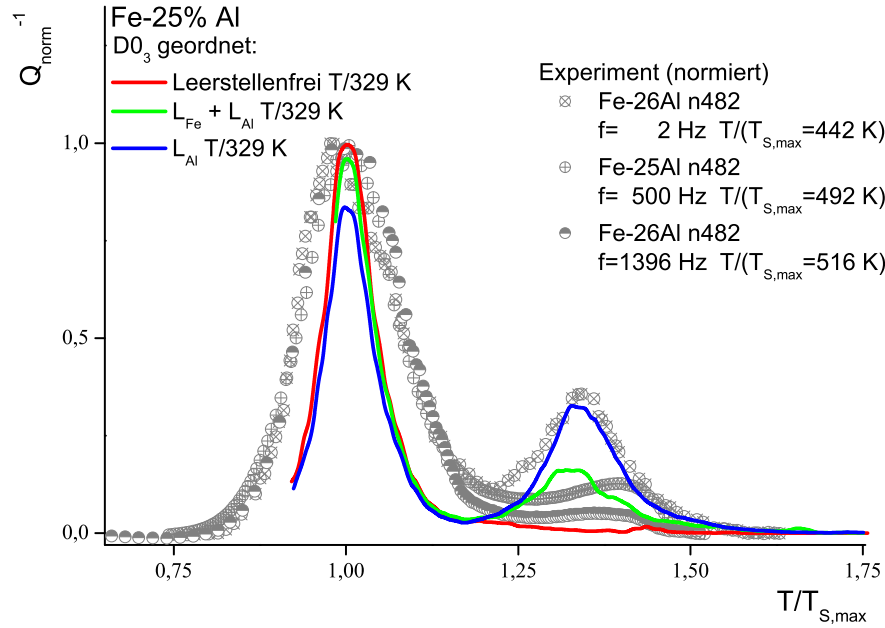


ABB. 3.46: Vergleich des simulierten mit dem gemessenen X-Peak für Fe-25Al.

Als wichtigstes Ergebnis kann an den simulierten Daten abgelesen werden, dass ein zusätzlicher Peak bei höheren Temperaturen entsteht, wenn Leerstellen in den Modellkristall eingebracht werden. Dies ist ein deutlicher Hinweis darauf, dass der X-Peak mit einer Leerstellen-Kohlenstoff-Wechselwirkung verknüpft ist. In Abbildung 3.46 geht es vor allem um die Temperaturdifferenz zwischen $T_{S,max}$ und $T_{X,max}$. Hierüber lässt sich zeigen ob die Erweiterung des Hamiltonians (Gl. 3.10) vernünftig war. Die Differenz zwischen den beiden Peakmaxima für die simulierten und gemessenen Daten stimmen gut überein. Die ungleiche Höhe zwischen simulierten und gemessenen Peaks kann auf die unterschiedlichen freien Kohlenstoffgehalte und das vorzeitige Ausheilen zurückgeführt werden (vgl. Abschn. 3.5.1).

Es ist bemerkenswert, wie gut die normierte Simulation mit den Experimenten übereinstimmt. Sowohl der Peakabstand zwischen S- und X-Peak, als auch die Peakbreite des X-Peaks, sind von gleicher Größenordnung. Die gleiche Größenordnung wiederum weist darauf hin, dass die Annahmen die in dem Modell für die Simulation gemacht wurden (WW zwischen Kohlenstoff und Leerstelle) plausibel sind.

Die Bindungsenergie zwischen C-Atomen und Leerstellen beträgt ca. 0,4 bis 0,5 eV [BK78], dies entspricht dem Unterschied der AE vom S-Peak (1,21 eV) und X-Peak (1,76) eV, welches auch gut zu dem Abstand von S-

und X-Peak in Abbildung 3.46 passt und die Leerstellen Interpretation weiter stützt.

3.5.7 Ergebnis

Die Untersuchungen am X-Peak führen zu folgenden Ergebnissen:

- Der X-Peak ist thermisch aktiviert.
- Er zeigt eindeutige Abhängigkeit von der Kohlenstoffkonzentration.
- Der Peak weist klare Abhängigkeit von der thermischen Vorbehandlung auf, was die Notwendigkeit thermischer (und konstitutioneller) Leerstellen stützt.
- Es scheint eine Abhängigkeit zwischen den Peakhöhen des S- und X-Peaks zu geben, die allem Anschein nach über die Konzentration an „freien“ C-Atomen erläutert werden kann.
- Es konnte eine Abhängigkeit von der Aluminiumkonzentration nachgewiesen werden. Es scheint ein hinreichendes Kriterium zu geben, dass die Konzentration $c_{Al} \geq 25 \text{ at.}\%$ erfüllt sein muss, damit der Peak auftaucht (Vermutlich wegen Notwendigkeit von Leerstellen).
- Vergleich zwischen Simulation und Experiment zeigt gute Übereinstimmungen.

Vor dem Hintergrund der Untersuchung der Kohlenstoffabhängigkeit erscheint die Interpretation von Damson (über Leerstellenpaare) als unwahrscheinlich. Die Erklärung von Rohkmanov über eine zusätzliche Phase konnte durch genaue Untersuchungen der Struktur nicht bestätigt werden.

Als weitere Stütze der Leerstellen-Kohlenstoff-Wechselwirkung kann die Positronenvernichtungsmessung (Tab. 3.1 auf Seite 49) angesehen werden. Bei ähnlichen Leerstellenkonzentrationen kommt es ohne zugemischte Carbidbilder zu einem Peak an der erwarteten X-Position. Mit Carbidbildern wird der Peak an dieser Position unterdrückt. Die Interpretation von Golovin über Leerstellen-Kohlenstoff-Komplexe scheint somit zusammenfassend am wahrscheinlichsten, da sowohl Kohlenstoff, als auch Leerstellen maßgeblich am Entstehen des Peaks beteiligt sind.

3.6 Z-Peak

Der Z-Peak wurde für Fe-Al-Legierungen erstmalig von Shyne und Sinnott in [SS60] gezeigt. Weitere Untersuchungen finden sich in [Fis62], [Hre63], [Tan71], [TS71], [HOS97], [Poz01], [Nag02], [NHKN02], [GPZG02], [Gol02b], [GPZG02], [GPRM03], [PG03], [GNRS04], [GR06a] und [GR06b]. In allen Veröffentlichungen kommt man zu dem Ergebnis, dass der Peak im Temperaturbereich von ca. 750-950 K dem Zener-Mechanismus zuzuordnen ist.

Der Z-Peak in Abbildung 3.4 auf Seite 50 bei ca. 880 K wird daher ebenfalls als Zener-Relaxation interpretiert. Beim Entstehen des Zener-Peaks wird angenommen, dass sich Atompaaire in Richtung der angelegten Spannung reorientieren (Absch. 2.4.1 auf Seite 27). Da sich hier nicht Zwischengitteratome bewegen, sondern Wirtsgitteratome, braucht der Prozess eine hohe Aktivierungsenergie, die nur bei hohen Temperaturen erreicht werden kann. Nur mit besonders geeigneten Proben, die lang (kleine Resonanzfrequenz) und dünn (gute Anregung) hergestellt wurden, konnte der Z-Peak gemessen werden.

Es scheint ein gewisser Mindestgehalt von Al-Atomen notwendig zu sein, damit ein Z-Peak auftaucht. Ab einer Konzentration von 11,1 at.%Al [Tan71], [TS71] ist der Z-Peak auszumachen und oberhalb von einer Konzentration von 40 at.% tritt kein Z-Peak mehr auf (siehe auch Tab. B.3 und Abb. 3.63). Bei einer exakten Konzentration von 25 at.%Al und ($D0_3$)-Ordnung, sowie bei 50 at.% (B2-Ordnung), sollte der Z-Peak verschwinden, da die Reorientierung lokal die Ordnung stört. Bei den hohen vorliegenden Temperaturen ist offenbar die langreichweitige Ordnung hinreichend gestört (hohe Konzentration an Leerstellen), um lokale Atomumlagerungen zu ermöglichen. Bei einer kurzreichweitigen Ordnung kann der Effekt natürlich auftreten. Diese Abhängigkeit von der Al-Konzentration ist ein Hinweis darauf, dass es sich beim Z-Peak um eine Zener-Relaxation handelt, da sich in Legierungen mit geringen Al-Konzentrationen nur wenige Al-Paare befinden und bei zu hohen Konzentrationen das Wirtsgitter (Fe) mit Aluminium „übersättigt“ ist.

3.6.1 Thermische Aktivierung

Der Z-Peak ist, wie man an der Temperaturverschiebung bei unterschiedlichen Frequenzen in Abbildung 3.47 sehen kann, thermisch aktiviert.

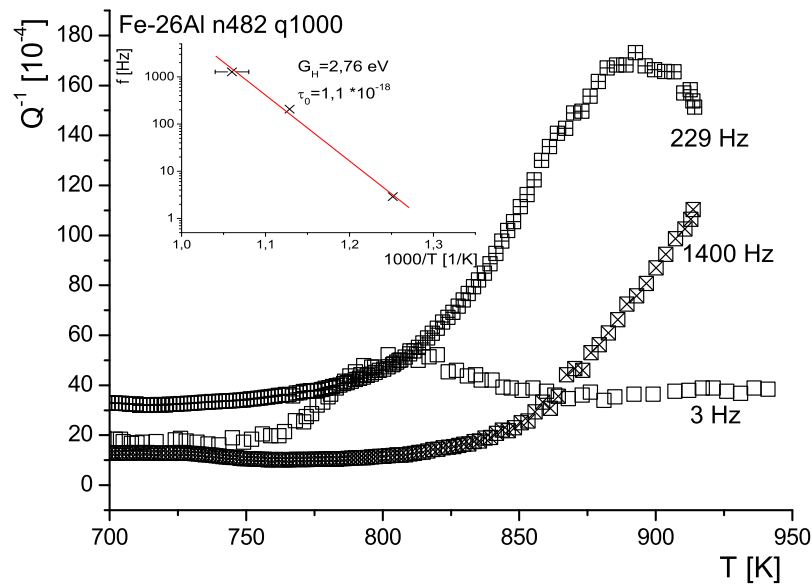


ABB. 3.47: Abhängigkeit des Z-Peaks von der Frequenz.

Er hat eine AE von 2,76 eV und ein τ_0 von $1,1 \cdot 10^{-18}$ s (weitere in Tabelle B.6 auf Seite 162). Der kleine τ_0 Wert deutet auf einen Atomkomplex, wie der vorgeschlagene Al-Paar-Mechanismus, der den Z-Peak hervorruft. Ein Vergleich mit der Diffusionsenergie, zusammengestellt in Tabelle 3.5, zeigt ähnliche Werte für Diffusionen, was ein guter Hinweis für den Zener-Mechanismus ist.

Struktur	IF - Z-Peak (Fe-25,9Al)				Diffusion (Fe-25,5Al) - AE [eV]		
	T [K]	G [eV]	τ_0 [s]	Ref.	Interd. [SM05]	Al tracer [SM05]	Fe tracer [EM00]
D_{03}	< 820	2,96	4,8E-19	[GR06a]			2,88
B2	> 820	2,44	8,0E-17	[GR06a]	2,79	2,45	2,40
$D_{03}+B2$	800-950	2,76	1,1E-18				

TABELLE 3.5: Vergleich AE durch VR-Messungen mit AE durch Diffusionsmessungen.

In Abbildung 3.47 fällt ein ungewöhnliches Verhalten ins Auge. Die Peakhöhe nimmt mit wachsender Temperatur zu, die Höhe des Z-Peak von 3 Hz nach 230 Hz wächst von $25 \cdot 10^{-4}$ auf $130 \cdot 10^{-4}$ an. In Abschnitt 3.6.2 wird gezeigt, dass die Peakhöhe nicht von der thermischen Vorbehandlung abhängig ist. Das Steigen des Peaks kann mit der exponentiell

wachsenden Hintergrunddämpfung [Riv01], [Ben01b] zusammenhängen. Zur besseren Veranschaulichung sind in Abbildung 3.48 alle drei Messfrequenzen einzeln abgebildet.

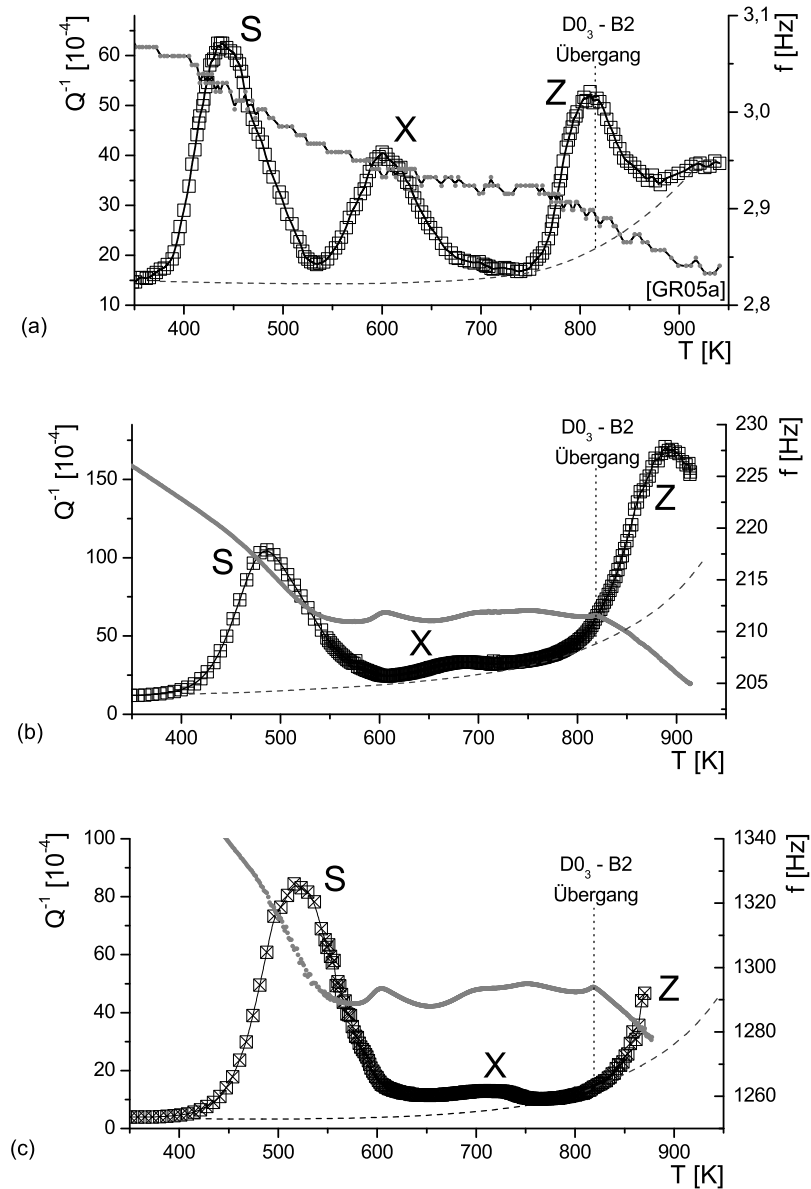


ABB. 3.48: Frequenzabhängigkeit der Dämpfung in Fe-26Al n482. Die gestrichelte Linie unterhalb der Messkurve stellt schematisch den Hintergrund dar.

Der steigende Dämpfungshintergrund kann nicht allein für das sehr starke Anwachsen des Peaks verantwortlich sein. Vielmehr besteht der Unterschied zwischen 3.48a (3 Hz) und 3.48b & c (230/1340 Hz) darin, dass der Peak in unterschiedlichen Ordnungszuständen auftritt. Die Umwandlung von der $D0_3$ -Ordnung zur $B2$ -Halbordnung erkennt man an dem Knick

in der Frequenz bei 820 K. DSC und Magnetometermessungen bestätigen diese Übergangstemperatur. Wenn der Mechanismus der Zener-Relaxation in der geordneten $D0_3$ -Struktur stattfindet, stehen weniger Al-Paare zur Verfügung, um die Atompaarreorientierung in Richtung der Spannung durchzuführen ohne die langreichweitige Ordnung zu stören. Ändert sich aber der Ordnungszustand von $D0_3$ auf $B2$, so stehen in der $B2$ Halbordnung mehr Al-Atompaaire für die Reorientierung zur Verfügung.

Golovin & Rivière haben diesen Effekt in [GR06a] und [GR06b] näher untersucht. Um bei festen Ordnungszuständen zu messen, wurden Frequenzscans bei unterschiedlichen konstanten Temperaturen (668-882 K) durchgeführt (Abb. 3.49 links). Die ermittelten Peakhöhen sind für Fe-26Al in Abbildung 3.49 rechts über der Temperatur aufgetragen und um die hier ermittelten Peakhöhen (Messpunkte \times , $+$) ergänzt.

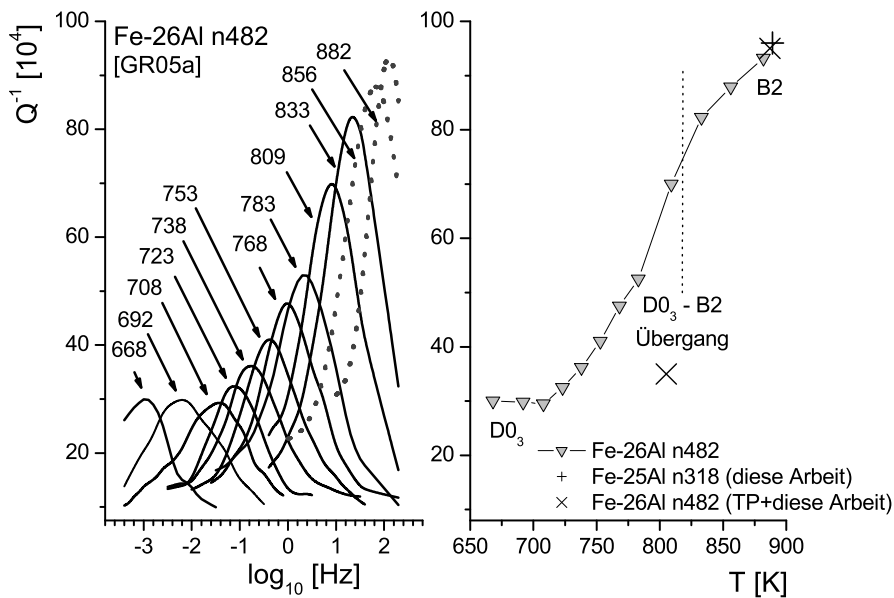


ABB. 3.49: Z-Peak Frequenzabhängigkeit [GR06a]. Verglichen mit Peakhöhen aus Abbildung 3.48 und 3.50.

Es lässt sich ein starkes Ansteigen der Peakhöhe für Fe-26Al ab 750 K ausmachen. Die höchste Steigung ist bei ca. 800 K, also dicht an der Übergangstemperatur, zu erkennen. Danach scheint die Ausgleichskurve einer Sättigung zu zustreben. In der $B2$ -Struktur stehen mehr Al-Paare als in der $D0_3$ -Struktur zur Verfügung, die an der Reorientierung beteiligt sein können.

Die eingetragenen Peakhöhen aus Abbildung 3.48 und 3.50 passen bis

auf die 2 Hz Messung sehr gut zu den Ergebnissen von Golovin und Rivière. Obwohl gesagt werden muss, dass die Messungen von Golovin und Rivière mit Hintergrund (aber sehr klein) und die hier ermittelten Peakhöhen ohne Hintergrund verglichen werden.

3.6.2 Temperbehandlungen

Die in Abbildung 3.50 dargestellten Messungen zeigen zwei Proben, die bei 1000 °C abgeschreckt wurden und somit freien Kohlenstoff beinhalten.

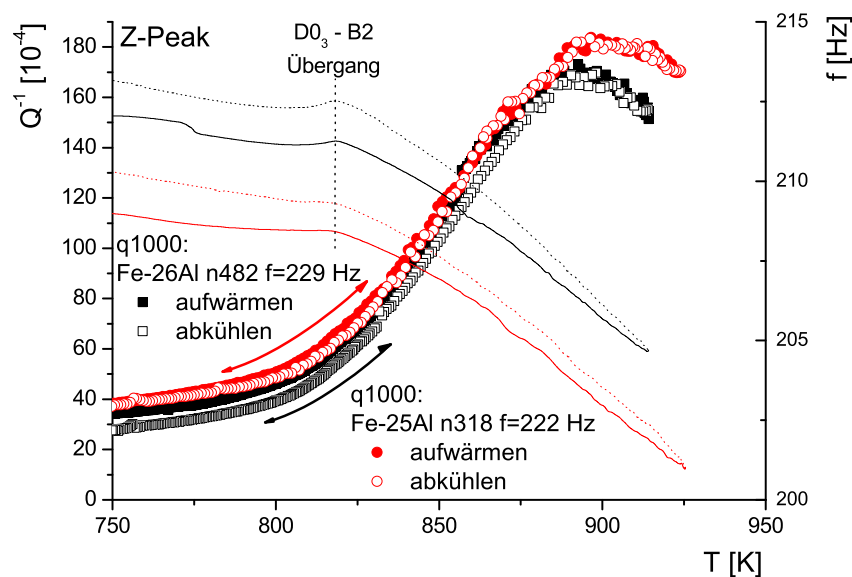


ABB. 3.50: Abhängigkeit des Z-Peaks von der thermischen Behandlung.

Nach dem Aufwärmen ist es zum größten Teil zu einer Gefügeumwandlung gekommen ($B2 \Rightarrow D0_3 \Rightarrow B2$). Der gelöste Kohlenstoff ist fast vollständig aus der Lösung verschwunden, wie beim zuvor untersuchten S-Peak gezeigt. Dagegen bleibt der Z-Peak beim Abkühlen unverändert, er heilt thermisch nicht aus.

Die Höhe und die Position des Z-Peaks sind nicht von der thermischen Vorbehandlung der Probe abhängig, wohl aber durch die Phase in der er auftritt. Eigentlich würde man also einen Einfluss durch die Leerstellenkonzentration erwarten. Wahrscheinlich stellt sich bei der Messung bei hohen Temperaturen stets ein Gleichgewicht ein, egal wie thermisch vorbehandelt wurde. Das Experiment zeigt also, dass der Anteil von freiem Kohlenstoff keine Rolle spielt, wie beim Zener-Mechanismus erwartet.

3.6.3 Ergebnisse

Bei einem thermisch aktivierten Prozess verschieben sich die Peakmaxima bei höheren Frequenzen zu höheren Temperaturen. Dies ist einer der Hauptgründe, warum es für eine Vibrating-Reed-Anlage schwierig ist, den Z-Peak zu messen, da ihre typischen Messfrequenzen um ein Vielfaches höher liegen, als bei einer Torsionsanlage, so dass der Z-Peak bei der Vibrating-Reed-Technik erst bei deutlich höheren Temperaturen auftritt. Zusätzlich kommt es bei höheren Messtemperaturen, auf Grund der nur elektrostatischen Anregung, zum starken Nachlassen der Anregungsamplitude, so dass es oft zu Signalverlusten bei hohen Temperaturen kommt und der Z-Peak nicht gemessen werden kann. Da der Z-Peak bereits ausführlich untersucht und der Mechanismus recht gut aufgeklärt worden ist, war es nicht erforderlich, die Messungen des Z-Peaks besonders intensiv zu verfolgen.

Als Ergebnisse können genannt werden:

- Der Z-Peak ist thermisch aktiviert, seine AE liegt für Fe-26Al bei etwa 2,8 eV, $\tau_0 = 1,1 \cdot 10^{-18}$ s, was sehr gut im Vergleich zur AE von 2,8 eV für Inter-Diffusion [SM05] passt.
- Die Peakhöhe ist stark vom Ordnungszustand der Legierung abhängig.
- Er zeigt keine signifikante Abhängigkeit von der thermischen Vorbehandlung.
- Der Z-Peak ist innerhalb einer bestimmten Al-Konzentration (11 bis 40 at.%) zu finden, wenn hinreichend viele Al-Paare zur Verfügung stehen.

Durch die hier vorgestellten Messergebnisse kann somit die bekannte Interpretation des Z-Peaks, als Zener-Peak bestätigt werden.

3.7 D-Peak

Der Peak in Abbildung 3.4 auf Seite 50 ist sehr breit und im Gegensatz zu allen anderen Strukturen nicht stark ausgeprägt. Er hat den Namen D-Peak bekommen, da angenommen wird, dass er durch Versetzungen und Verformungen (engl. **d**islocations und **d**eformations) hervorgerufen wird. Es gibt in Metall-Legierungen diverse versetzungsbedingte Peaks. Die genaue Zuordnung der einzelnen Mechanismen zu einem bestimmten Peak ist recht schwierig, da es eine große Anzahl von Interaktionsmechanismen der relaxierenden Versetzung gegebenenfalls mit anderen Defekten gibt. Einige grundlegende Mechanismen wurden bereits in Abschnitt 2.4.2 auf Seite 29 vorgestellt.

Ein D-Peak in Fe-Al-Legierungen wurde von Nagy in [Nag02] erstmalig beobachtet und als Hasiguti-Peak klassifiziert. In [SGGN04] werden weitere Ergebnisse dargestellt und erste Erklärungsansätze gegeben. Der D-Peak wird in [GPG⁺06] weiter analysiert und mit Messergebnissen an reinen Eisenproben verglichen [WD75] & [HGMF77]. Es ist zu erwähnen, dass Damson in [Dam98] ebenfalls bei niedrigen Temperaturen einen Peak beobachtete, ohne dessen Verursachung zu diskutieren.

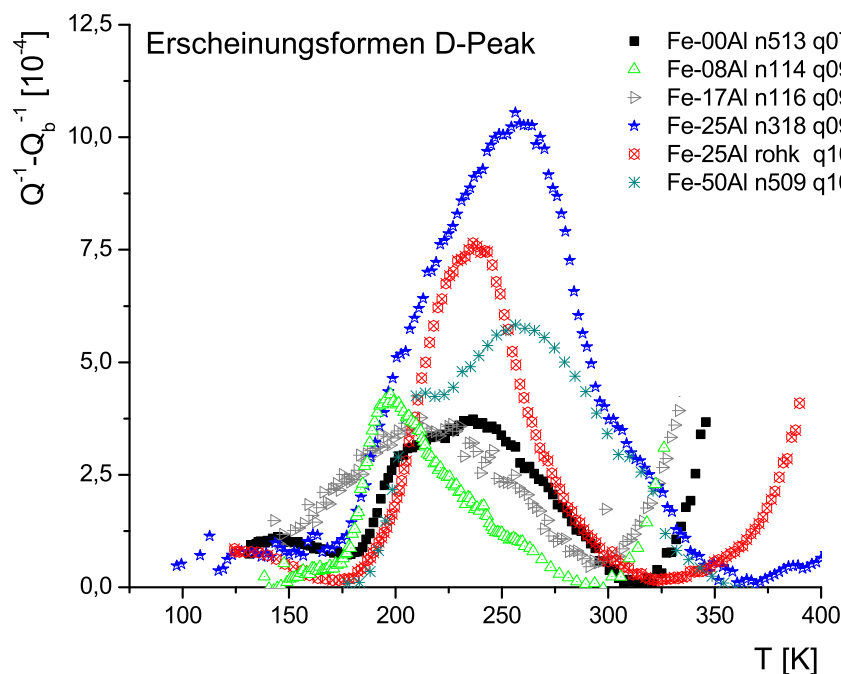


ABB. 3.51: Erscheinungsformen des D-Peaks.

Die genauen Ursachen des D-Peaks, der nicht als ein einzelner Peak angesehen werden kann, sondern eher aus einer Familie von Peaks besteht,

ist immer noch ungeklärt. Einige experimentelle Hinweise werde aber in dieser Arbeit gegeben werden. Um die Vielfalt der Erscheinungsformen des D-Peaks zu veranschaulichen, sind in Abbildung 3.51 einige in verschiedenen Fe-Al-Legierungen gemessene Peaks zusammengestellt. Der D-Peak kann in unterschiedlichsten Formen auftreten: Als ein ausgeschmierter Peak, wie es bei Fe-17Al der Fall ist; als 'normaler' Peak, wie bei Fe-25Al 'rohk' oder aus mehreren Peaks bestehend, wie bei Fe-25Al 'n318' oder Fe-50Al.

Die Messungen können nicht eindeutig auf einzelne Effekte als Ursache zurückgeführt werden, vielmehr können unterschiedliche Arten von Versetzungen und Versetzungsbewegungen und ihre Wechselwirkung mit anderen Gitterdefekten (Leerstellen, ZGA) am Zustandekommen des D-Peaks beteiligt sein. Für die Interpretation müssen somit alle in Abschnitt 2.4.2 auf Seite 29 vorgestellten Mechanismen in Betracht gezogen werden.

Einige grundlegende Fragen zum Auftreten des D-Peaks sollen geklärt werden:

1. Ist der Peak thermisch aktiviert?
Dies wird in Abschnitt 3.7.1 untersucht.
 2. Wie reagiert der Peak auf unterschiedliche thermische Behandlungen?
Dies wird in Abschnitt 3.7.2 analysiert.
 3. Welchen Effekt haben mechanische Verformungen?
Dies wird in Abschnitt 3.7.3 studiert.
- Weitere experimentelle Ergebnisse werden in Abschnitt 3.7.4 zusammengestellt und behandelt die:
 - Al-Konzentration,
 - C-Konzentration,
 - Amplitudenabhängigkeit.

3.7.1 Variation der Resonanzfrequenz

Als erstes wird geklärt ob der Peak thermisch aktiviert ist. In Abbildung 3.52 wird die AE für den Peak bestimmt. Da der D-Peak nicht nur aus einem Peak besteht (s. Absch. 3.7.3) sind recht große Fehlerbalken in Abbildung 3.52 angegeben. Der Arrheniusplot ergibt für Fe-27Al

eine Aktivierungsenergie von ungefähr $0,5 \pm 0,07$ eV mit einem τ_0 von $1,6 \cdot 10^{-14}$ s.

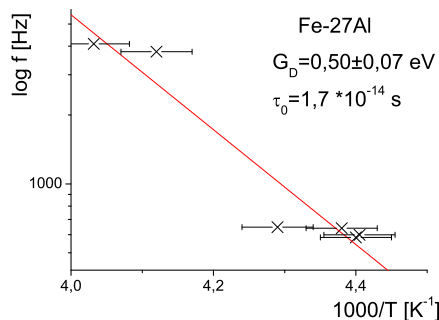


ABB. 3.52: Arrheniusplot für die Bestimmung der AE des D-Peaks.

Hieraus wurde ein ΔS -Entropie-Faktor für Gleichung 2.32 auf Seite 41 von $\Delta S = 1,4 \cdot 10^{-4} \frac{\text{eV}}{\text{K}}$ bestimmt. Berücksichtigt man das unterschiedliche Aussehen des Peaks (Absch. 3.7.3), so lassen sich für unterschiedliche Proben nur ungefähre Werte für die AE von ca. 0,3 bis 0,7 eV angeben. Weitere AE des D-Peaks finden sich im Anhang (Tab. B.7 auf Seite 163). Diese beträchtlichen Schwankungen der AE unterschiedlicher Proben weisen darauf hin, dass beim D-Peak nicht nur ein einzelner Mechanismus für die Veränderung der AE eine Rolle spielt.

3.7.2 Variation der thermischen Behandlung

Um zu klären, ob der D-Peak von der thermischen Behandlung abhängig ist, wurden unterschiedliche Abschreck- und Anlaß-Behandlungen durchgeführt (Abb. 3.53, 3.54).

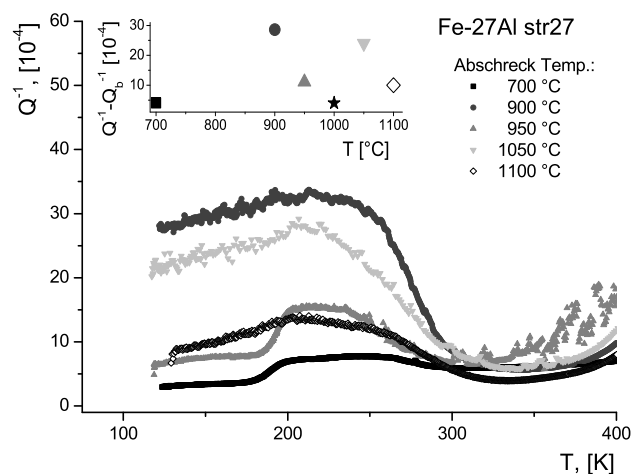


ABB. 3.53: D-Peak bei unterschiedlichen Abschreckbehandlungen. Daten ★ im Inset sind nicht dargestellt.

Es ist zu sehen, dass der Peak zwar von der Abschrecktemperatur abhängt, aber es kann kein charakteristischer Zusammenhang zwischen Peakhöhe und Abschrecktemperatur festgestellt werden.

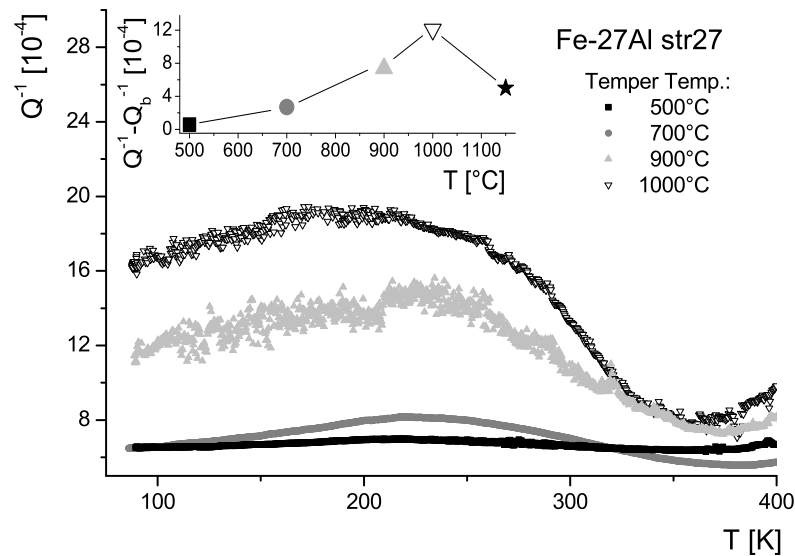


ABB. 3.54: D-Peak bei unterschiedlichen Temperbehandlungen. Daten ★ im Inset sind nicht dargestellt.

Im Gegensatz zu den Abschreckmessungen, zeigen die Messungen mit unterschiedlicher Temperbehandlung eine Korrelation zwischen Temperbehandlung und Peakhöhe (Abb. 3.54 Inset). Vergleicht man die Peakhöhe mit Abbildung 3.12 auf Seite 61, so stellt man fest, dass die Kurven einen ähnlichen Verlauf nehmen. Falls man davon ausgeht, dass der S-Peak den gelösten freien Kohlenstoff anzeigt, könnte hier ein Zusammenhang zwischen freier Kohlenstoffkonzentration und Versetzung vermutet werden, etwa auf einen Bindungsmechanismus der Versetzungskinken an interstitiellen Fremdatomen (C).

3.7.3 Variation der mechanischen Verformung

Wenn es sich beim D-Peak um eine versetzungsbedingte Relaxation handelt, so sollten sich durch Verformungen eingebrachte Versetzungen auf den Peak auswirken.

Biegeverformung

Die Proben wurden an einem runden Gegenstand entlang der Rundung gebogen. Unterschiedliche Durchmesser der Zylinder ergaben unterschiedliche Verformungsgrade. Ein ungefähres ϵ bei der Biegung kann mit

$$\epsilon \approx \frac{d}{2r}, \quad (3.12)$$

gefunden werden, wobei d der Dicke der Probe entspricht und r dem Radius an dem die Probe gebogen wird (Zylinder). In Abbildung 3.55 lässt sich eine klare Kopplung zwischen Biegegrad und Peakhöhe feststellen. Bei einem Verformungsgrad von $\epsilon = 1\%$ ist ein Maximum der Peakhöhe auszumachen.

Proben mit gleichen Verformungsgraden zeigen aber nicht immer die gleichen Peakhöhen. Als zusätzliches Indiz wurde der Flächeninhalt unter dem Peak errechnet und gegen den Verformungsgrad aufgetragen, da der Peak nicht immer dieselbe Form aufweist. Alle drei Größen (maximale, minimale Peakhöhe und Fläche) zeigen ein Maximum bei ca. $\epsilon = 1\%$. Bei einer zu großen Verformung $\epsilon > 2\%$ kommt es zum Bruch der Probe.

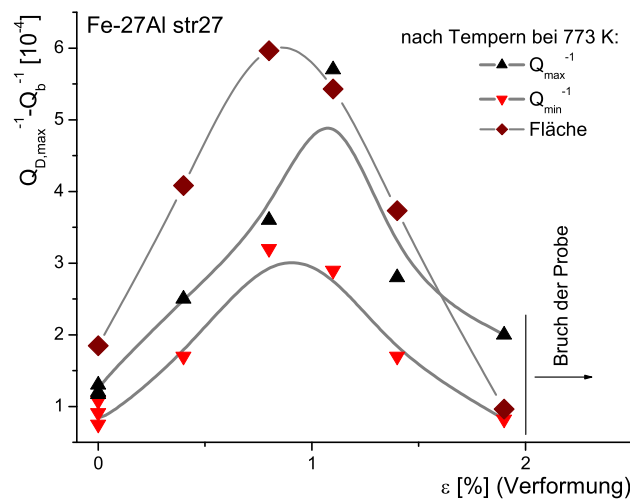


ABB. 3.55: Abhängigkeit der Dämpfung von der Verformung. Minimale (Q_{\min}^{-1}) und maximale (Q_{\max}^{-1}) Dämpfung entspricht der, bei mehreren Biegeversuchen mit gleichem ϵ gefundenen minimalen bzw. maximalen Peakhöhen.

Der Mechanismus, der den D-Peak hervorruft, ist somit empfindlich für Verformungen. Dass bei einer Biegeverformung ein Maximum der

Peakhöhe bei einer bestimmten Verformung auftritt ist eigenartig, da man eigentlich ein monotonen Zunehmen des D-Peaks mit zunehmender Verformung erwartet. Denn höhere Verformung erzeugt mehr Versetzungen, die wiederum interagieren können. Das Auftreten eines Maximums könnte daher kommen, dass bei Überschreiten eines gewissen Verformungsgrads die Versetzungen sich zunehmend untereinander in der Bewegung behindern. Dies ist in der Plastizitätsforschung als “Verfestigung” bekannt. Sind zu wenige Versetzungen (bei kleinen Verformungen) im Material vorhanden, ist der Peak schwächer ausgeprägt. Sind zu viele Versetzungen vorhanden bei $\epsilon > 1\%$, beeinflussen sich die Versetzungen negativ untereinander, sie behindern sich gegenseitig und die Höhe des D-Peaks nimmt ab.

HPT - High Pressure Torsion

Da bei Biegeverformungen die Proben oberhalb eines Verformungsgrades von 2 % spröde zu Bruch gingen, wurden Proben mit einer Hochverformungsmethode, dem HPT (High Pressure Torsion) Verfahren verformt. In Abbildung 3.56 links ist der schematische Aufbau einer HPT-Anlage gezeigt.

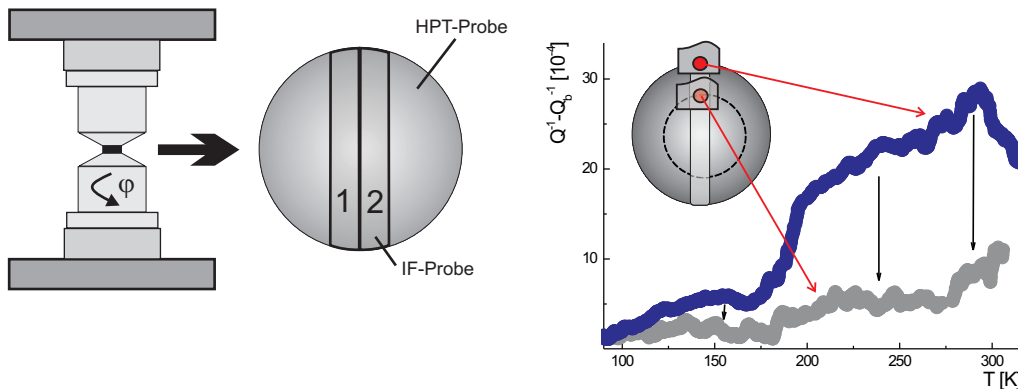


ABB. 3.56: HPT - Methode und Einspannung [GPG⁺06].

Auf ein Plättchen aus dem zu untersuchenden Probenmaterial wird ein Stempel unter hohem Druck gedreht. Der Stempeldruck und die Anzahl n der Umdrehungen ergeben den Verformungsgrad [IGSF04]

$$\gamma = \frac{2\pi \cdot nR}{h}, \quad (3.13)$$

mit $h \hat{=}$ Dicke der Probe und R dem Radius, der demnach einen starken radialen Gradienten aufweist. Aus einem HPT-Rohling⁹ lassen sich zwei 10 bis 11 mm lange IF-Proben präparieren. Die Oberfläche wurde mittels der Lösung ((300 ml HCl + 90 g Fe₃Cl + 18 g Cu + 150 g H₂O) H₂O (1:1)) geätzt und elektropoliert. Der Verformungsgrad ist sehr inhomogen, da die Verformung außen sehr stark ist und im Mittelpunkt sehr klein bis überhaupt nicht vorhanden. Dies zeigt sich auch in den Ergebnissen verschiedener Einspannungspunkte, wie sie in Abbildung 3.56 rechts gezeigt sind. Die Peakhöhe nimmt ab, je weiter man die Einspannung in die Mitte der Probe verlagert. Die Messergebnisse unterschiedlicher Proben sind nicht gut reproduzierbar, da Herstellung (linke Seite in Abb. 3.56) und Einspannung (rechte Seite in Abb. 3.56) sich stark auf die Ergebnisse auswirken, wie der Vergleich in Abbildung 3.57 zwischen oberem und unterem Bild zeigt.

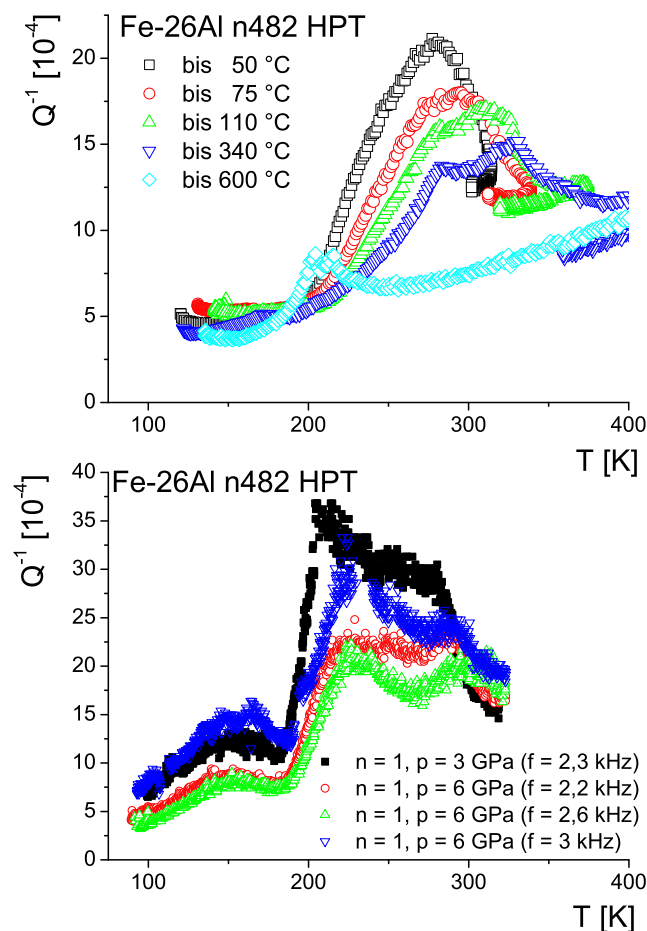


ABB. 3.57: D-Peak hohe Verformung (HPT) (unten [GPG⁺06]).

⁹HPT Verformung: Institute of Physik of Advanced Materials, Ufa State Aviation Technical University, Ufa, Russia.

Im linken Bild lässt sich erkennen, dass der Peak mit Erhöhung der Anlass-Temperatur immer weiter abnimmt, bis er völlig verschwindet und ein anderer an einer tieferen Stelle (bei ca. 210 K) auftaucht. Bei der Anlassbehandlung heilen Versetzungen und andere Defekte (Eigenfehlstellen: Leerstellen, ZGA) aus. Offenbar ist also die Peakhöhe mit deren Konzentration verknüpft. Für eine mögliche Zuordnung verschiedener Defekttypen zu den im D-Peak überlagerten Relaxationsprozessen ist ein Vergleich der HPT Experimente mit Messungen an verformtem und mit Neutronen bestrahltem Eisen (Hivert et al. 1977) hilfreich.

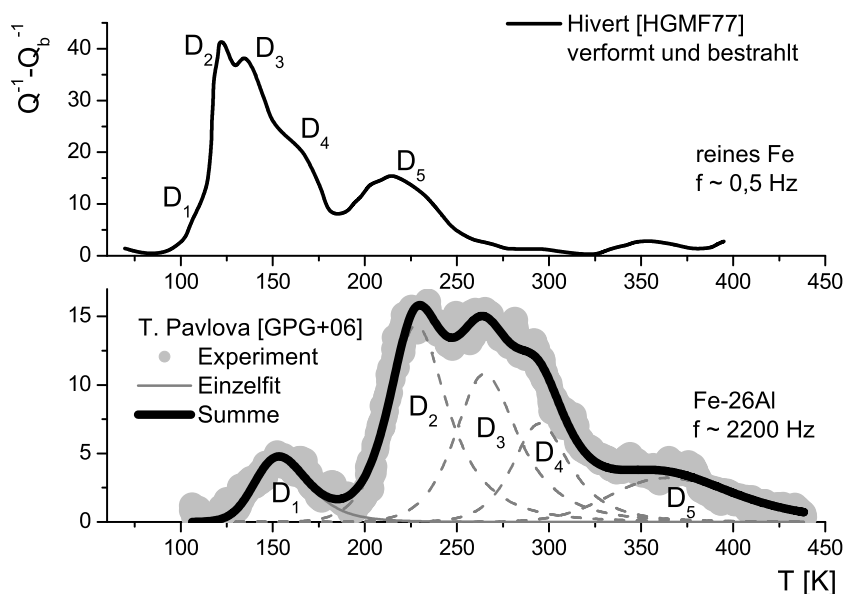


ABB. 3.58: Vergleich: Verformung und Bestrahlung [HGMF77] mit HTP [GPG+06].

Hivert [HGMF77] erklärt das Entstehen der Peaks in Abbildung 3.58 durch folgende Mechanismen: Der $I_D \equiv D_1$ -Peak wird hervorgerufen durch Reorientierung von Leerstellen und Zwischengitteratompaaren oder von Doppel-Zwischengitteratomen. $I_E \equiv D_2$ entsteht durch Reorientierung von frei wandernden Eigen-Zwischengitteratomen (ZGA). $II_1 \equiv D_3$ und $II_2 \equiv D_4$ rühren von Reorientierungen von kleinen Clustern von Doppel-Zwischengitteratomen oder Doppel-Leerstellen her. $III \equiv D_5$ entsteht durch Interaktion von Eigen-Zwischengitteratomdefekten mit Versetzungen.

Ein entsprechender Vergleich des Spektrums nach HTP mit den Messungen von Hivert [HGMF77] zeigt in der Tat eine starke Ähnlichkeit mit den Ergebnissen von T. Pavlova (Abb.3.58). Die Peaks im unteren Bild sind nach rechts verschoben, da ein sehr großer Frequenzunterschied

zwischen Hiverts (ca. 0,5 Hz) und Pavlovas (ca. 2200 Hz) Messungen besteht und da die Peaks wie bereits gezeigt wurde, thermisch aktiviert sind. Die Unterschiede in Peaklage und relativer Peak-Intensität spiegeln möglicherweise den unterschiedlichen Al-Gehalt und die unterschiedliche Vorbehandlung wider. Ein starker Unterschied findet sich lediglich für den D₁-Peak. In Abbildung 3.59 sind Messungen dieser Arbeit, den Daten von T. Pavlova (oberes Teilbild) gegenübergestellt.

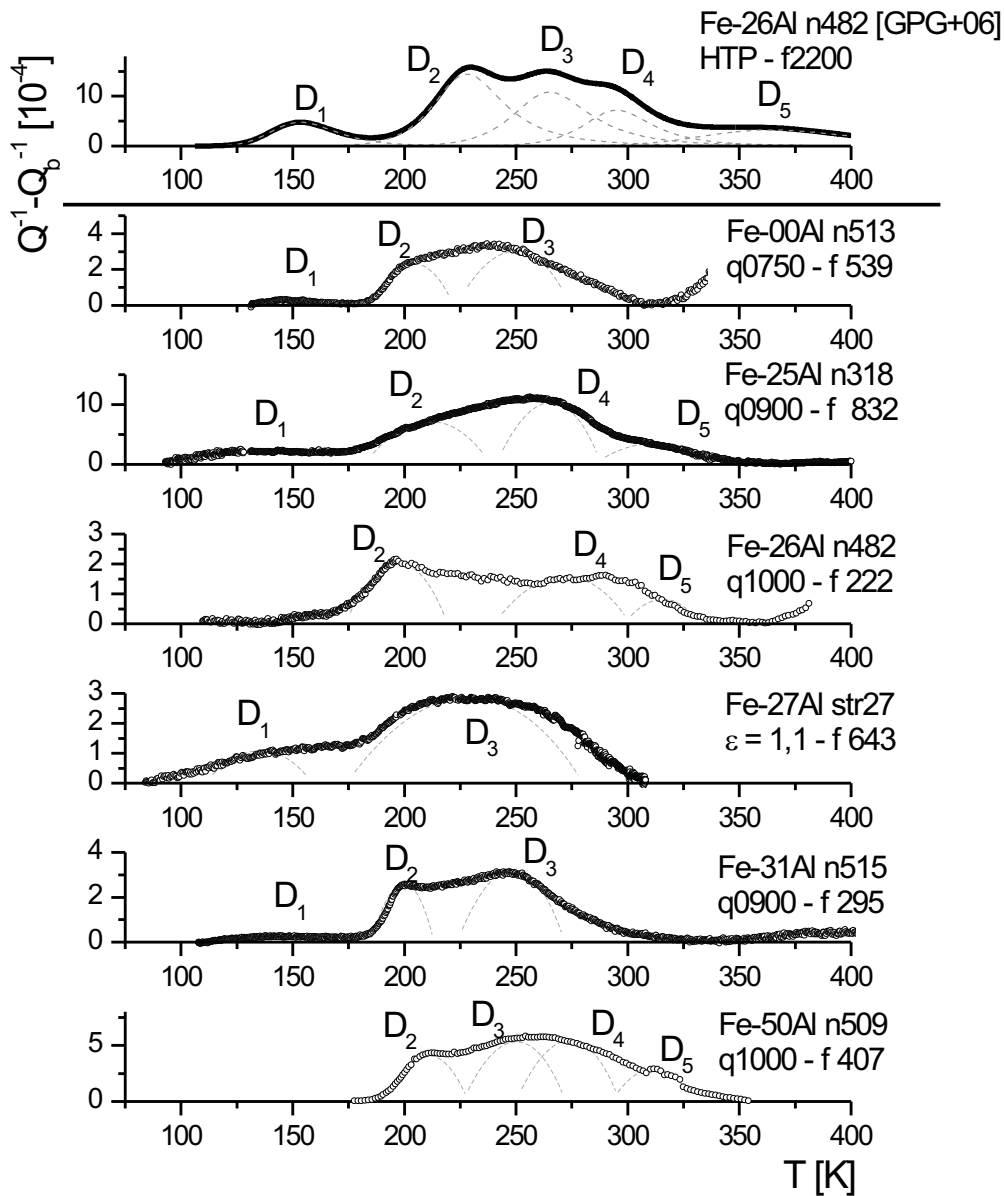


ABB. 3.59: Vergleich zwischen HTP und abgeschreckten oder verformten D-Peaks.

Alle D-Peaks sind gegenüber der 1. Messung (HTP) ein wenig nach links verschoben, da ihre Messfrequenzen kleiner sind. Auffällig ist, dass sich

bestimmte Peaks bei bestimmten Messungen wieder finden lassen. So lässt sich z.B. der D₁-Peak bei reinem Eisen, bei Fe-25Al 'n318', der verformten Fe-27Al und der Fe-31Al Probe wieder finden. Eine Einordnung des D-Peaks lässt sich auch anhand der AE der Peaks durchführen. Sie sind in Tabelle 3.6 zusammengefasst. Einige Peaks lassen sich recht gut

Probe	D ₁			D ₂			D ₃			D ₄			D ₅		
	f [Hz]	T [K]	G [eV]	f [Hz]	T [K]	G [eV]	f [Hz]	T [K]	G [eV]	f [Hz]	T [K]	G [eV]	f [Hz]	T [K]	G [eV]
Fe (1)	0,5	108	0,28	0,5	124	0,33	0,5	145	0,38	0,5	170	0,45	0,5	220	0,59
Fe (2)	1	103	0,28	1	123	0,32	1	146	0,40	-	-	-	1	238	0,60
Fe-26Al (3)				350	192	0,32									
Fe-26Al (4)	2280	155	0,30	2220	212	0,41	2160	246	0,49	2130	279	0,55	2100	331	0,66
Fe	560	145	0,30	555	206	0,44	553	242	0,52						
Fe-25Al	912	126	0,26	892	202	0,42				883	230	0,48	855	314	0,67
Fe-26A				235	195	0,43				234	276	0,61	299	299	0,66
Fe-27Al	679	139	0,29				670	253	0,54						
Fe-31Al	306	138	0,30	302	199	0,43	299	248	0,54						
Fe-50Al				416	209	0,45	422	255	0,55	418	259	0,56	415	306	0,67

TABELLE 3.6: Einordnung der AE (G) des D-Peaks in Literaturdaten. Fe(1) [HGMF77], Fe(2) [WD75], Fe-26Al(3) [Nag02], Fe-26Al(4) [GPG⁺06].

zuordnen. Es ist erstaunlich, dass in abgeschreckten, getemperten und verformten Proben ähnliche Peaks zu finden sind. Die Peaks lassen sich zwar untereinander zuordnen, dies sagt aber noch nichts über die D-Peak erzeugenden Vorgänge im Material aus.

3.7.4 Weitere Ergebnisse

Einige Untersuchungen ergaben unklare Ergebnisse, trotzdem sollen sie im Folgenden zusammengefasst werden, um Hinweise zu geben, an welcher Stelle weitere Untersuchungen ansetzen sollten.

Aluminiumabhängigkeit

Eine klare Abhängigkeit von der Aluminiumkonzentration konnte nicht festgestellt werden in Abbildung 3.51, 3.59 und anderen nicht gezeigten Messungen gibt es unterschiedliche Erscheinungsformen des D-Peaks. Vermutlich überlagern sich Einflüsse hier nicht kontrollierter Parameter (z.B. Details der Wärmebehandlung => Unterschiede in Defekten, Nahordnung, u.a.).

Kohlenstoffabhängigkeit

In Abbildung 3.60 sind drei verschiedene Proben dargestellt, die einmal abgeschreckt und einmal getempert wurden und dadurch unterschiedliche Mengen von „freiem“ Kohlenstoff enthalten sollten.

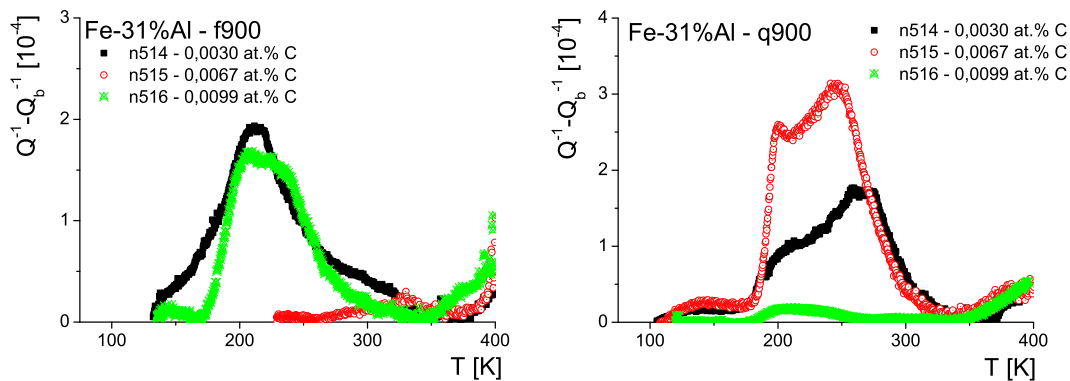


ABB. 3.60: D-Peak Kohlenstoffabhängigkeit.

In beiden Graphen lässt sich keine Abhängigkeit der Höhe des Peaks von der C-Konzentration feststellen. Bei den abgeschreckten Proben ist der Peak der Probe mit der mittleren Konzentration am höchsten, bei der getemperten Proben der Peak mit der niedrigsten Konzentration.

Eine eindeutige Abhängigkeit des Peaks von der Kohlenstoffkonzentration kann also nicht gezeigt werden. Details der Wärmebehandlung scheinen einen großen Einfluss zu haben. Eine Beteiligung von Punktdefekten kann hiermit noch nicht ausgeschlossen werden.

Amplitudenabhängigkeit

Abbildung 3.61 zeigt, dass der Peak im begrenzten Untersuchungsbereich (Dehnungs-Amplitude an der Ober- bzw. Unterseite der Probe bei Biegeschwingungen $< 17 \cdot 10^{-5}$) nicht amplitudenabhängig ist.

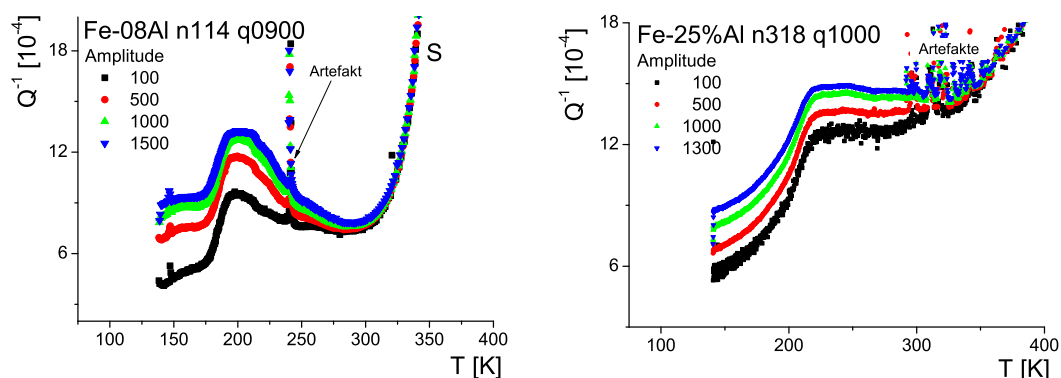


ABB. 3.61: D-Peak Amplitudenabhängigkeit. Artefakte, weil nicht reproduzierbar.

Auf den ersten Blick hat es den Anschein, als ob beide Graphen eine starke Amplitudenabhängigkeit des D-Peaks zeigen. Es ist aber nicht die Höhe des D-Peaks, die amplitudenabhängig ist, sondern der Dämpfungshintergrund, der im Wesentlichen von thermoelastischen und magnetischen Effekten herrührt [UCP97]. Die Peakhöhe nach Abzug des Hintergrundes ist für alle Amplituden ähnlich. Es ist anzumerken, dass die maximal erreichbare Amplitude der durchgeführten Messungen stets sehr gering war und dass bei höheren Dehnungen durchaus eine Amplitudenabhängigkeit auftreten könnte.

Die Amplitudenabhängigkeit des Hintergrundes ist in Abbildung 3.62 ausführlicher dargestellt.

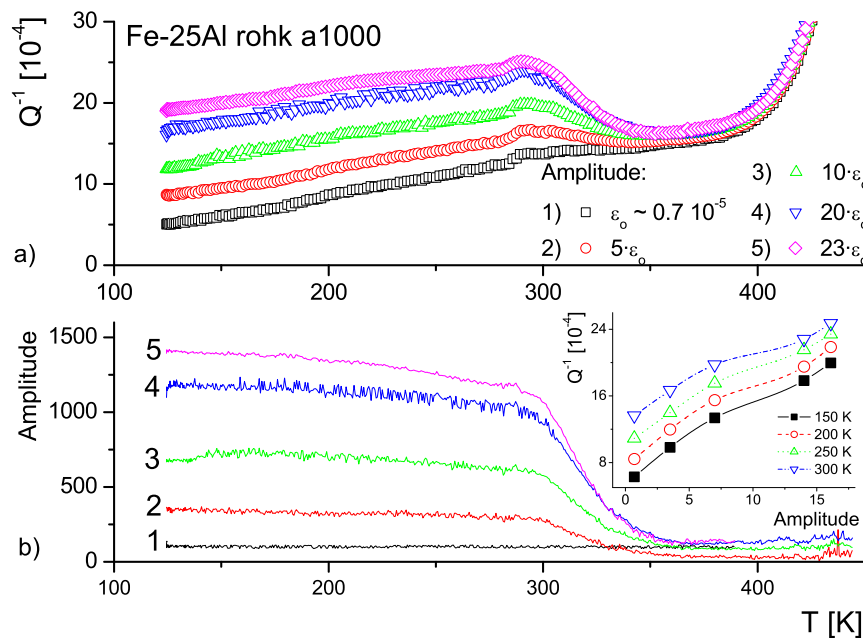


ABB. 3.62: a) Abhängigkeit der Dämpfung von der Anregungsamplitude.
b) zeigt die Amplitude der Anregung.

Es sind fünf Messungen mit unterschiedlichen Amplituden gezeigt. Oberhalb von 300 K laufen die Kurven zusammen, da ab dieser Stelle die Anregungsamplitude (Abb.3.62 b)) zusammenbricht¹⁰. Die Kurve mit der geringsten Amplitude weist den geringsten Hintergrund auf, wohingegen die Kurve mit der höchsten Amplitude die höchste Dämpfung zeigt. Im Inset von Abbildung 3.62 b) ist die Dämpfung bei bestimmten Temperaturen 100 - 300 K aufgetragen. Die Hintergrunddämpfung wächst

¹⁰Dass dieses bei 300 K anfängt, bei Abb. 3.61 a) bei ca. 250 K, ist anlagenbedingt. Die Amplitude, die eingestellt wurde, kann vom Anregungssystem nicht mehr aufrechterhalten werden und bricht zusammen. Woher dieser Effekt kommt ist unklar.

mit steigender Temperatur bei allen fünf Amplituden. Die Steigung der Dämpfung im Inset ist am Anfang größer und wird mit wachsender Amplitude kleiner, diese deutet auf einen bekannten magnetischen Effekt hin [UCP97], der eigentlich bis zur Curie-Temperatur anhalten sollte. Die Dämpfung sinkt aber ab 300 K bei den vier höchsten Amplituden ab, trifft sich bei ca. 370 K und verläuft dann ähnlich. Dieses ist, wie in der Amplitudendarstellung (Abb.3.62 unten) gesehen werden kann auf die schnell fallende Amplitude nach ca. 300 K zurückzuführen.

Ein ganz kleiner D-Peak ist bei ca. 300 K auszumachen, er ist bei allen fünf Amplituden nach Abzug des Hintergrundes annähernd gleich hoch und kann möglicherweise dem D_5 -Peak zugeordnet werden.

3.7.5 Ergebnis

Es konnte gezeigt werden, dass der D-Peak von folgenden Faktoren abhängig ist:

- Der Peak ist thermisch aktiviert.
- Er zeigt eine Abhängigkeit von der thermischen Vorbehandlung, insbesondere der Temper-Behandlung.
- Der Peak zeigt starke Abhängigkeit von der mechanischen Verformung, sowohl der Biegeverformung, als auch HPT.
- Bestrahlungen scheinen den Peak weiter zu beeinflussen [HGMF77].
- Der D-Peak kann in bis zu fünf Peaks zerlegt werden. Die genaue Zuordnung der Peaks zu bestimmten Effekten ist noch nicht geklärt.

Für folgende Faktoren konnte kein oder kein eindeutiger Zusammenhang festgestellt werden:

- Aluminium-Konzentration:
Es scheint, als ob der D-Peak nicht von der Al-Konzentration abhängt.
- Kohlenstoffkonzentration:
Ein eindeutiger Zusammenhang von freier Kohlenstoffkonzentration und D-Peak konnte nicht festgestellt werden, obwohl davon ausgegangen werden kann, dass Kohlenstoff als ZGA, sowie Eigen-Punktdefekte (Eigen-ZGA, Leerstellen) eine Rolle spielten.

- Eine Amplitudenabhängigkeit des D-Peaks konnte für Amplituden $< 17 \cdot 10^{-5}$ nicht festgestellt werden.

Wie sich sowohl aus den unterschiedlichen Erscheinungsformen (Abb. 3.51), sowie aus den unterschiedlichen Faktoren (Abs.: 3.7.1, 3.7.2, 3.7.3 & 3.7.4) zeigt, kann der D-Peak nicht nur einem Mechanismus zugeordnet werden, wie etwa der S-, X- und Z- Peak. Nimmt man die Erklärungen von Hivert et.al. [HGMF77] & [HGMF78] für Bestrahlungseffekte hinzu, so kann für einige Peaks der D-Peakfamilie eine Zuordnung vorgeschlagen werden.

Bei der Familie der D-Peaks sind Mechanismen beteiligt, in denen Leerstellen, Zwischengitteratome und Versetzungen eine Rolle spielen. Diese könnten auch die starke Empfindlichkeit für Details der Wärmebehandlung (vor allem der Abschreckgeschwindigkeit in verschiedenen Temperaturbereichen) erklären, die vermutlich für die mangelnden Korrelationen mit der Al- und C-Konzentration verantwortlich sind. Da die Verknüpfungen sehr komplex und nur schwer einzeln erzeugbar, sind noch weitere Untersuchungen in diesem Bereich nötig.

3.8 Zusammenfassung - Fe-Al

Das Legierungssystem Fe-Al wurde mittels VR-Technik umfassend von reinem α -Eisen bis zu einer Konzentration von Fe-50at.%Al untersucht. Zur Einordnung der gefundenen Effekte wurden unterstützend DSC-, Magnetometer-, Röntgen- und TEM- Messungen hinzugezogen.

Für den S-Peak, der als snoekartiger Peak identifiziert werden konnte, zeigt Variation des Al-Gehaltes bei kleinen Konzentrationserhöhungen zwei beachtliche Ergebnisse: 1. die Aufspaltung des S-Peaks in zwei Komponenten bis zu einer kritischen Konzentration von 12at.%Al und 2. die stetige Erhöhung der AE mit zunehmender Al-Konzentration. Beide Phänomene wurden durch die veränderte Umgebung (Anreicherung mit Al-Atomen) des interstitiell gelösten Kohlenstoffs erklärt. Es konnte gezeigt werden, dass der S-Peak durch interstitiell gelösten Kohlenstoff entsteht. Ein Vergleich der gemessenen AE mit simulierten Werten weist eine gute Übereinstimmung auf, was bestätigt, dass die Parameter der Simulation gut gewählt waren. In diesem Fall belegen sie weiter, dass es sich beim S-Peak um einen Snoek-Mechanismus handelt, da das Simulations-Modell nur Interaktionen von Al-C und C-C berücksichtigt. Sinnvolle Ergebnisse liefert die Simulation aber nur, wenn die Wechselwirkungen bis mindestens zur 6. Schale berücksichtigt werden, was einer kritischen Interaktionsdistanz des C-Atoms von $\sqrt{9} \cdot a/2$ entspricht, so wie sie sich auch aus den Experimenten ergibt. Zwei andere Interpretationen des S-Peaks konnten widerlegt werden.

Die Annahme, dass es sich beim X-Peak um einen Kohlenstoff-Leerstellen-Komplex handelt, wie es Golovin [GPRM03] vorgeschlagen hat, konnte weiter gestützt werden. So taucht der Peak erst bei Legierungen auf, die eine hohe Konzentration von Leerstellen aufweist. Die Abhängigkeit des Peaks von der Kohlenstoffkonzentration konnte eindeutig nachgewiesen werden. Nimmt man an, dass der S-Peak durch einen Snoek-Mechanismus entsteht und vergleicht die simulierten Ergebnisse mit den gemessenen, so können Experiment und Simulation durch Normierung zur Deckung gebracht werden. Wird dann in der Simulation die C-Leerstellen Wechselwirkung hinzugenommen, so entsteht an ähnlicher Stelle wie bei den Messungen ein X-Peak. Dieses stützt die These, dass der X-Peak durch einen Kohlenstoff-Leerstellen-Komplex entsteht.

Auf Grund von technischen Schwierigkeiten und wenig wissenschaftlicher

Notwendigkeit wurde der Z-Peak nicht sehr eingehend untersucht. Die bestehende Annahme, dass es sich um einen Zener-Mechanismus handelt, konnte bestätigt werden.

Der D-Peak wurde erstmalig in Fe-Al-Legierungen untersucht. Auch wenn die Natur des D-Peaks noch in vielen Belangen unklar ist, konnten doch einige wichtige Zusammenhänge gefunden werden. So verhält sich der Peak sehr anfällig auf thermische Vorbehandlungen und mechanische Verformungen. Dagegen muss eine Abhängigkeit von interstitiellem Kohlenstoff und Al-Konzentration eher verneint werden. In einem Vergleich nach Bestrahlung und Verformung mit Messungen von reinem Eisen aus der Literatur konnten Ähnlichkeiten ausgemacht werden. Danach ist anzunehmen, dass der D-Peak in fünf unterschiedliche Peaks aufzuteilen ist.

Gegenüberstellung der AE

In der nächsten Abbildung 3.63 sollen die hier gemessenen Aktivierungsenergien der verschiedenen Peaks den Werten aus der Literatur gegenüber gestellt werden.

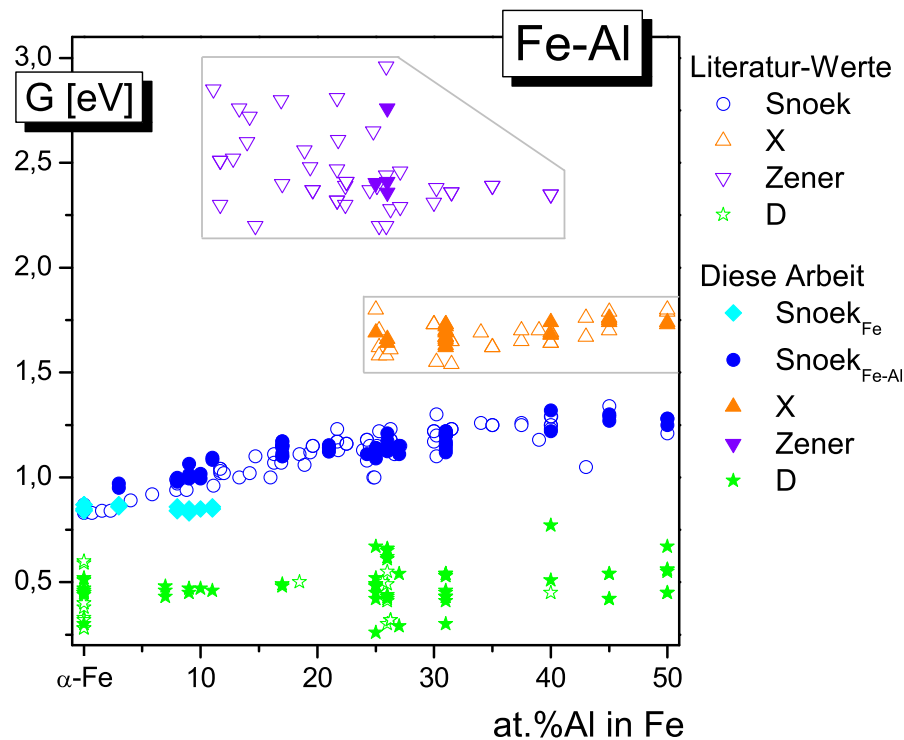


ABB. 3.63: Übersicht der AE bei Fe-Al Legierungen.

Beim D-Peak fällt das große Spektrum unterschiedlicher AE auf, sie variieren zwischen 0,3 eV bis 0,7 eV. Der S-Peak hat bis zur Konzentration von 12at.%Al zwei AE. Einmal die S_{Fe} -AE, die annähernd konstant bleibt und zweitens die S_{Fe-Al} , die bei niedrigen Al-Konzentrationen schneller wächst, als bei hohen. Auffällig ist, dass der X-Peak erst ab 25at.%Al gefunden werden kann. Der Z-Peak tritt nur zwischen 10 und 40at.%Al auf, die AE scheint mit der Al-Konzentration abzunehmen.

Das AE-Diagramm der Legierung Fe-Al zeigt für Literaturwerte und die in dieser Arbeit ermittelten Werte eine gute Übereinstimmung. (Referenzen zu den Literaturdaten können der Tabelle B.3 im Anhang entnommen werden.)

3.9 Fe-Al und Fe-Al-X Legierungen (X=Al,Cr,Si,Ge,Co)

Die Konzepte und Erklärungen, die am Eisen-Aluminium-System entwickelt wurden, werden im Folgenden überprüft und vertieft, indem die Messungen auf *ternäre* Eisen-Aluminium-Legierungen erweitert werden. Die Substitutionspartner werden so gewählt, dass sie auf die Relaxationsmechanismen Einfluss nehmen.

Im folgenden Abschnitt wird nur eine kleine Auswahl der vorliegenden Ergebnisse gezeigt. Eine vollständigere Darstellung findet sich in [GNS06] und [Pav07]. Die Zugabe von bestimmten Elementen zum Basissystem Fe-Al wirkt sich z.B. auf die Ordnungsparameter des Phasenüberganges aus. Beispielsweise stärkt Si die $D0_3$ -Ordnung und dieses erhöht die Übergangstemperatur T_0 , Co stabilisiert die $B2$ -Phase, Cr ändert T_0 nur wenig, während Ge in ausreichenden Konzentrationen eine $L1_2$ -Phase etabliert. Mit den Zusatzelementen Cr, Si und Ge wird infolge ihrer Affinität zu Kohlenstoff (Carbidbildung) direkt der Gehalt an „freiem“ (ungebundenen, also die Snoek-Relaxation bewirkenden) Kohlenstoff verändert. Die im Folgenden gezeigten Legierungen können in zwei Gruppen gegliedert werden. Zum Einen binäre Legierungen mit geringer Konzentration ($\approx 3\%$) an *unterschiedlichen* Zusatzatomen, und zum Anderen ternäre Legierungen auf der Basis von Fe-Al, in denen entweder Al oder Fe teilweise durch das dritte Element substituiert wird. In den nachfolgenden Untersuchungen wird insbesondere die Wirkung der Fe-Al fremden Legierungspartner auf den S- und X-Peak betrachtet. Schließlich wird der D-Peak in binären Fe- und ternären Fe-Al-Legierungen diskutiert.

Der Z-Peak konnte aus technischen Gründen (tritt erst bei hohen Temperaturen auf) nicht untersucht werden, Einflüsse durch dritte Atomsorten sind aber in [GNS06] und in [Pav07] zu finden.

3.9.1 Eisen-3at.%X

Die binären 3at.%X Legierungen sollen zeigen, ob die ausgewählten Legierungselemente einen direkten Einfluss auf den Snoek-Peak des reinen Fe haben. In Abbildung 3.64 werden Fe-3at.%X (X=Al, Si, Cr, Ge, Co)

mit Messungen an reinem Eisen verglichen.

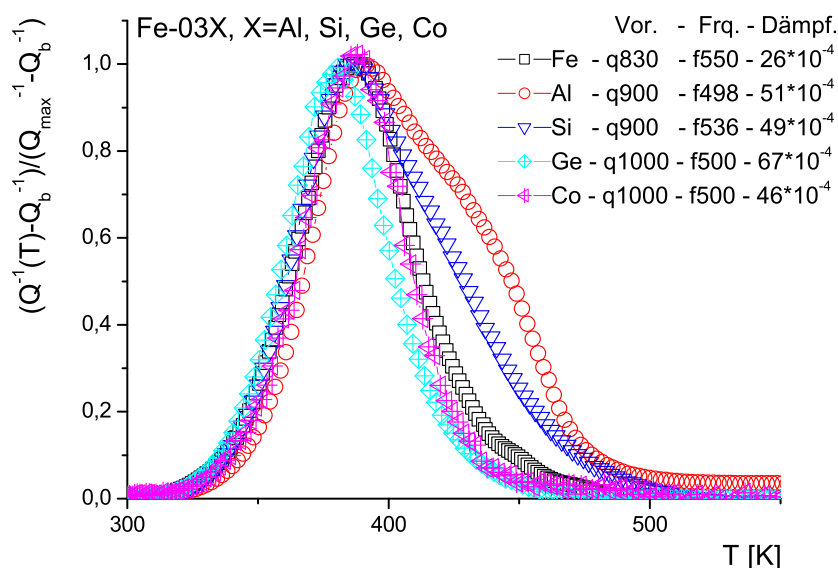


ABB. 3.64: Fe-3at.%X, X=Al, Si, Cr, Co. Peakhöhennormierte Darstellung des S-Peaks. Die absolute Peak-Höhe ist neben Vorbehandlung und Messfrequenz ebenfalls angegeben.

Als Vergleich zu Abbildung 3.64, sollte Abbildung 3.20 auf Seite 69 herangezogen werden, in der die Veränderung des S-Peaks durch Erhöhung des Al-Anteils dargestellt ist. In beiden Darstellungen ist sowohl der Dämpfungshintergrund abgezogen, als auch die Peakhöhe auf eins normiert. 3at.% Fremdatomanteil wurde ausgewählt, um einen möglichen Einfluss auf den S-Peak klar darzustellen und weil niedrigere Konzentrationen (<1at.%, meist Al) in der Literatur bereits untersucht wurden [JBH66], [RR67], [Tan71] & [SYU04].

Chrom zeigt einen sehr starken Effekt: Zum Einen verringert sich die Peak-Höhe deutlich, auf ca. 1/10-1/20 im Vergleich zu den anderen Peak-Höhen, welches auf hohe Stabilität von Chromcarbid hinweist. Zum anderen erzeugt es bei deutlich höheren Temperaturen einen weiteren Peak von noch unbekannter Natur. Die Messung von Chrom wird in Abbildung 3.64 nicht gezeigt. Ein moderaterer Effekt wird durch die Dotierung mit Al oder Si hervorgerufen, wohingegen Co oder Ge keinen oder nur einen sehr geringen Einfluss auf den Relaxationsverlauf haben. Die Ursache der Veränderungen des S-Peaks bei Fe-Al konnte in Abschnitt 3.4.5 auf Seite 68 mit den unterschiedlichen Wechselwirkungen der C-Atome mit Fe- bzw. Al-Nachbarn geklärt werden. Aus der Form

des Peaks bei Fe-at-%3Si lässt sich vermuten, dass Si eine etwas geringere Erhöhung der Potenzialschwelle für C-Sprünge bewirkt, als es bei Al der Fall ist. Ein kritischer Radius um das C-Atom für Si, ähnlich wie bei Al, konnte aber, anhand der vorliegenden Daten nicht abgeschätzt werden.

3.9.2 Eisen-Aluminium-Chrom

Chrom wird oft in kleinen Konzentrationen (3-5at%Cr) zu Fe-Al-Legierungen gemischt, um die Duktilität und damit die Verarbeitbarkeit zu verbessern. Es sorgt für eine Verringerung der Anti-Phasen-Grenzenergie, die eine Erhöhung der Versetzungsbeweglichkeit zur Folge hat. Das hinzugegebene Chrom hat Einfluss auf die Carbidbildung und einen leichten Einfluss auf die Ordnungstemperatur. Die Dichte der Leerstellen in Fe-25Al-(15-25)Cr bei $q1000$ ist dreimal kleiner als bei Fe-25Al, aber immer noch größer als bei Fe-Al-Si [GNS06].

Der Einfluss des beigemischten Cr bei den VR-Messungen wirkt sich stark auf den S- und X-Peak aus, wie Abbildung 3.65 zu entnehmen ist.

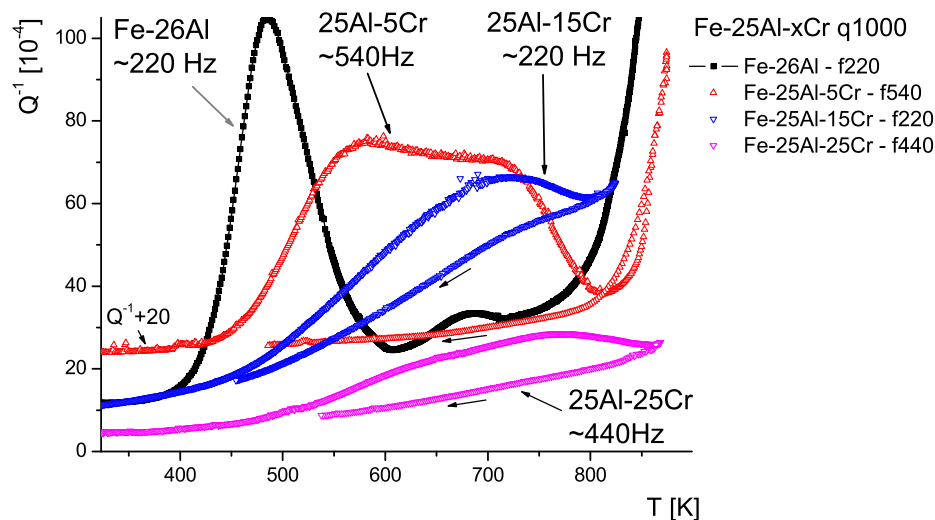


ABB. 3.65: Dämpfungsspektrum von Eisen-Aluminium-Chrom.

Der S- und der X-Peak überlappen bereits bei kleinen Cr-Konzentrationen, wobei der resultierende Peak sich zu höheren Temperaturen verschiebt. Dieses Verhalten verstärkt sich mit höheren Cr-Konzentrationen und weist auf eine durch die Cr-Dotierung bedingte Erhöhung des C-Sprungpotenzials (höher als bei Al-C) hin. Insgesamt nimmt die Peak-Höhe (genauer: die Peak-Fläche) mit Erhöhung der Cr-Konzentration

ab, was möglicherweise auf ein Festhalten der C-Atome durch die Bildung von Chrom-Carbiden zurückzuführen ist. Nach Messungen bis ca. 920 K sind die Peaks verschwunden (Abkühlkurve), dies zeigt, dass der Effekt thermisch ausheilt, weil sich Carbide bilden und Leerstellen verschwinden, was wiederum die Argumente für die in Abschnitt 3.4 & 3.5 genannten Mechanismen sowohl für den S- als auch X-Peak bestätigt.

3.9.3 Eisen-Aluminium-Silizium

Im Vergleich zu Cr (Absch. 3.9.2) oder Ti und Nb (Absch. 3.4.2 & 3.5.2) erzeugt Si keine neue Phase, neigt aber zur Bildung von Si-Carbid. Si begünstigt die $D0_3$ -Phase und erhöht die Übergangstemperatur von $D0_3$ zu $A2$ und $B2$ zu $A2$, was durch DSC-Messungen belegt werden kann [GNS06]. Die Leerstellendichte in Fe-25(Al+Si) ist 3 bis 10 mal kleiner als in Fe-25Al [GDC⁺05]. Ein Beispiel von Messungen an Fe-25(Al+Si) wird in Abbildung 3.66 gegeben.

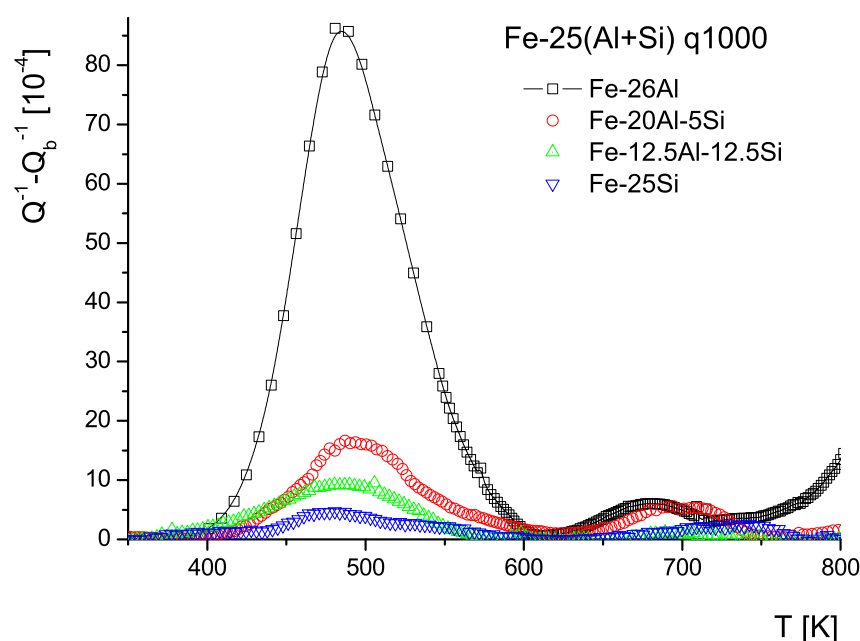


ABB. 3.66: Dämpfungsspektrum von Eisen-Aluminium-Silizium.

Der S-Peak nimmt sehr stark bei der Zugabe von Si ab und ist im Fall von Fe-25at.%Si nur noch sehr gering. Dies kann einmal an der unterschiedlichen Kohlenstoffkonzentration in den Proben liegen, aber auch an der Bildung von Si-Carbiden, die thermisch stabil zu sein scheinen (Si-C Carbide sind als Schmirgelpapier bekannt).

Erstaunlich ist aber, dass der X-Peak bei Fe-12Al-12Si im Verhältnis

zum X-Peak bei Fe-26Al etwa gleich hoch ist. Obwohl die Konzentration an Leerstellen laut Positronenannihilation [GDC⁺05] kleiner ist, scheint doch die Wanderung der C-Atome zu den Leerstellen begünstigt zu sein, da der S-Peak im Verhältnis zum X-Peak bei Fe-12at.%Al-12at.%Si sehr viel kleiner ist. Bei höheren Si-Konzentrationen nimmt dann der X-Peak ab, da wahrscheinlich weniger Leerstellen vorhanden sind und auch die „freie“ C-Konzentration abnimmt.

Ein weiterer Effekt ist nur sehr schwach zu sehen, wird aber deutlich, wenn man die S-Peakhöhe auf eins normiert. Mit höheren Konzentrationen von Si wandert die Temperatur des Peakmaximums leicht zu tieferen Temperaturen, was durch das etwas geringe Si-C-Sprungpotenzial erklärt werden kann (siehe auch Absch. 3.9.1 und 3.4.5). Bei niedrigeren Gesamtfremdatomkonzentrationen Fe-14at.%(Al+Si) die ebenfalls untersucht wurden, kommt dieser Effekt viel stärker zum Tragen (siehe [GNS06]). Insgesamt sind die Befunde wieder mit denen in Abschnitt 3.4 & 3.5 genannten Mechanismen verträglich.

3.9.4 D-Peak in binären und ternären Fe-Legierungen

Der D-Peak lässt sich sowohl in binären Eisen-Legierungen (Abb. 3.67), als auch in ternären Eisen-Aluminium-Legierungen (Abb. 3.68) finden.

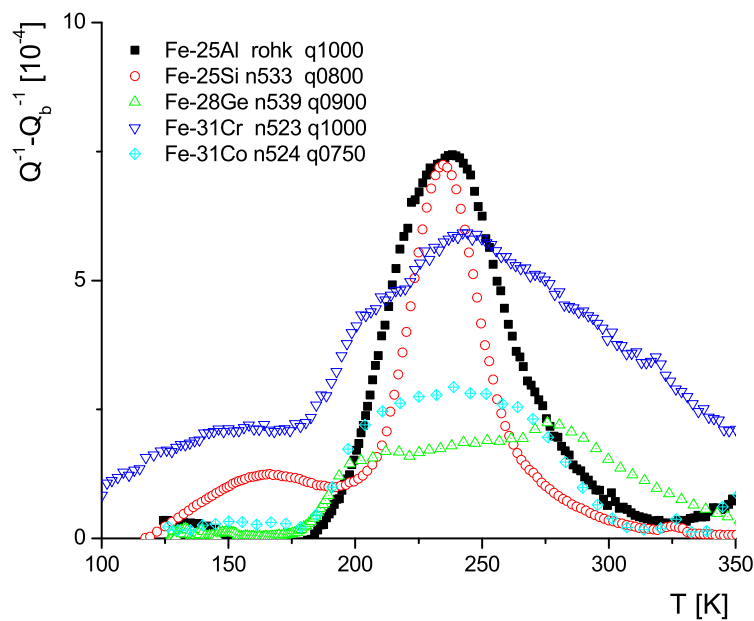


ABB. 3.67: D-Peak in binären Fe-Legierungen ($f \approx 500$ Hz).

Die Art der Eisen-Legierung scheint den D-Peak nicht systematisch zu beeinflussen. Es kann z.B. bei Fe-25Si deutlich ein D₁- und D₃-Peak ausgemacht werden. Dies lässt vermuten, dass „Kohlenstoff“ und Kohlenstoff-Leerstellen-Komplexe keine starke Auswirkung auf die Entstehung dieser D-Peaks haben, da in dieser Legierung der S- und X-Peak so gut wie unterdrückt sind (Abb. 3.66), widerlegt aber nicht die Vermutung der Beteiligung von anderen Punktdefekten an den Relaxationsprozessen der Versetzungen.

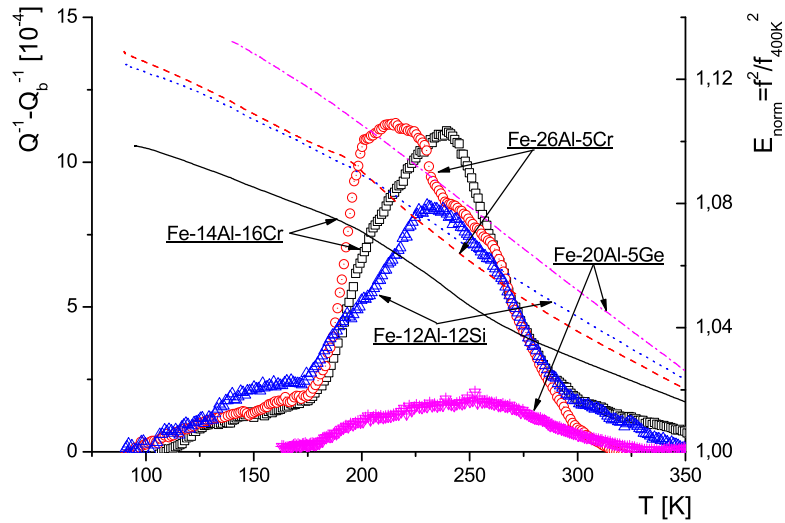


ABB. 3.68: D-Peak in ternären Fe-Legierungen ($f \approx 500$ Hz).

Auch bei ternären Legierungen sind alle fünf Peaks zu finden, wie in Abbildung 3.68 gezeigt. Somit begünstigen oder verhindern Cr, Si und Ge die Entstehung der D-Peaks nicht systematisch.

Der D-Peak ist, wie schon in Abschnitt 3.7 betont schwer zu systematisieren oder zu untersuchen, wodurch die Interpretation der Daten schwierig ist. Als beteiligte Mechanismen kommen vor allem die Bewegung von Versetzungen und ihre Interaktion mit Punktdefekten in Frage, wobei die Besonderheit des hier bei allen Legierungen vorliegenden bcc-Kristallgitters besteht. Es muss aufgrund ausgeprägter Kinken-Erzeugungs- und Bewegungseffekte mit unterschiedlichem Verhalten von Schraubenversetzungen und Versetzungen mit Stufen- oder gemischtem Charakter gerechnet werden. Die einzelnen Effekte exakt zu trennen ist sehr schwer, da die Mechanismen nicht unabhängig voneinander variiert werden können. Es liegt somit nahe, die unterschiedlichen Peaks zunächst unter der Familie der D-Peaks zusammenzufassen und wenn möglich, später an definiert erzeugten Versetzungsstrukturen mit unter-

schiedlichen Methoden (wie z.B. mit HPT, Neutronenbestrahlung oder Verformungen) zu untersuchen, wie es in [GPG⁺06] schon begonnen wurde.

3.9.5 Ergebnisse

Die Ergebnisse zur Erweiterung der binären Fe-Al-Legierung auf ternäre Systeme stützen sowohl die Erklärungen zum S-Peak (Absch. 3.4), als auch die Vermutungen über den X-Peak (Absch. 3.5). Simulationen der X-Relaxation bei ternären Fe-Al-X-Legierungen von Blanter [BGS06] sind ebenfalls konsistent zu den hier gefunden Ergebnissen.

Der D-Peak verhält sich wie auch schon bei Fe-Al unsystematisch, aber es ist festzustellen, dass er auch bei hohen Konzentrationen der Substituenten noch an ähnlichen Stellen im Dämpfungsspektrum auftaucht. Der Gittertyp (bcc) scheint also wichtiger als die Atomsorte zu sein. Zur genaueren Analyse und Erklärung sind weitere Messungen auch mit anderen Methoden nötig. Simulationen in dieser Richtung könnten zusätzlich Aufschluss geben.

Als wichtigstes Ergebnis ist zunächst das Auftreten des D-Peaks auch bei anderen eisenbasierten bcc Legierungen zu nennen. Weiterhin ist zu nennen, dass anhand der Entwicklung des S-Peaks bei höheren Aluminium-Konzentrationen (Absch. 3.4.5) davon ausgegangen werden kann, dass auch bei vielen anderen Atomsorten ein snoekartiger Mechanismus (auch bei hohen Konzentrationen) auftritt.

Kapitel 4

Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wird das Dämpfungsspektrum für Fe-Al-Legierungen untersucht und versucht die auftretenden Anomalien (Peaks) zu deuten. Die Legierungen, beginnend mit reinem Eisen, sind durch Erhöhung des Aluminiumanteils in den Proben in kleinen Schritten von unter 5at.%Al bis zu Fe-50at.%Al untersucht worden. Die Resonanzfrequenzen der Proben erstrecken sich von ca. 1 Hz bis zu 1500 Hz und die untersuchten Temperaturbereiche von 93 K bis 923 K. In diesem Frequenz- und Temperaturbereich lassen sich bis zu vier Peaks detektieren, die als S-, X-, Z- und D-Peak benannt wurden.

S-Peak \equiv Snoek-Mechanismus:

Für alle Al-Konzentrationen konnte im Temperaturbereich von 350 K bis 550 K (bei einer Frequenz von $f \approx 500$ Hz) ein S-Peak als Snoek-artige Relaxation gedeutet werden, d.h. Sprünge von interstitiell gelöstem Kohlenstoff zwischen Nachbarzwischengitterplätzen. Dabei hat sich das zunächst unerwartete Phänomen gezeigt, dass sich der Peak bei kleinen Konzentrationen ($< 12\text{at.\%Al}$) in zwei unabhängige Komponenten zerlegen lässt. Dies konnte mit den unterschiedlichen Umgebungen des den S-Peak erzeugenden Kohlenstoffs auf Oktaederzwischengitterplätzen und der unterschiedlichen Wechselwirkung zwischen C- und Fe- bzw. Al-Atomen erklärt werden. Mittels Wahrscheinlichkeitsanalyse der Besetzung konnte der Wechselwirkungsradius zu $\sqrt{9} \cdot a/2$ bestimmt werden, d.h. die Wechselwirkung reicht bis einschließlich zur 6. Schale. Der aluminiumbedingte Teil des S-Peaks verschiebt sich mit höheren Al-Konzentrationen zu höheren Aktivierungsenergien (0,95 eV bis 1,3 eV, in Übereinstimmung mit Literaturwerten), dies wird auf die Erhöhung des Sprungpotenzials des C-Atoms durch die C-Al Wechselwirkung zurück-

geführt. Die mit zunehmender Al-Konzentration anfänglich stärker und dann nur noch moderat steigende AE wird durch die mit Aluminium abgesättigte Umgebung gedeutet. Auch die beobachtete Variation der Peakbreite ist mit dem Einfluss der veränderten C-Atomumgebung konsistent, insbesondere mit der bei 25at.%Al ausgeprägten $D0_3$ -Ordnung. Der Peak ist eindeutig von der Konzentration an „freiem“ Kohlenstoff abhängig, dies konnte für verschiedene Al-Konzentrationen und durch Zugabe von Carbid-bildenden Elementen (Ti, Nb), die den S-Peak unterdrücken, gezeigt werden. Vergleiche zwischen Messungen mit konstanter Temperaturerhöhung ($\frac{dT}{dt} = \text{const.}$) und Messungen bei konstanter Temperatur ($\frac{dT}{dt} = 0$) zeigen, dass die Diffusion der C-Atome nicht nur mittels Snoek-Sprüngen stattfindet, sondern auch entlang Pfaden mit erniedrigter AE. Dadurch lagern sich die C-Atome bevorzugt an Defekten an und/oder scheiden sich als Carbide aus und stehen dann nicht mehr für den Snoek-Effekt zur Verfügung. Der Vergleich zwischen simulierten und gemessenen Aktivierungsenergien unterstützt die Interpretation des S-Peaks als Snoek-Mechanismus. Zwei andere Interpretationen für den S-Peak konnten widerlegt werden. Die Analyse verschiedener zu Eisen hinzugegebener Elemente (mit $\leq 3\text{at.}\%$) konnte zeigen, welche Atomsorten sich auf die Form des S-Peaks auswirken; hier erzeugen Al und Si eine Schulter an der Hochtemperatur-Seite, Cr sogar einen eigenen Peak bei höheren Temperaturen. Auch bei den ternären auf Fe-Al basierenden Legierungen konnte gezeigt werden, dass der S-Peak weiterhin auf einem C-Atomsprung beruht.

Für die weitere Forschung wäre interessant, andere Elemente (H, N, O, ...) für den Snoek-Spannungsprozess zu prüfen, allerdings werden sich Stickstoff und Sauerstoff in Fe-Al nicht eignen, da sie als Nitrid oder Oxid am Al gebunden werden. Ein interessantes Feld könnte die Snoek-Köster-Relaxation im Zusammenwirken der Zwischengitteratome mit Versetzungen sein (s.u.). Erste Beobachtungen hierzu existieren bereits.

X-Peak \equiv X-Mechanismus:

Der X-Peak im Bereich von 640 K bis 730 K (bei $f \approx 450$ Hz) beruht, wie eindeutig gezeigt werden konnte, auf C-Atomen und Leerstellen. Es handelt sich nicht um einen modifizierten Snoek-Mechanismus, denn der X-Peak wird unterhalb einer Konzentration von 25at.%Al nicht gefunden. Seine Aktivierungsenergie liegt bei etwa 1,70 eV, was zu den Wer-

ten aus der Literatur passt. Die Untersuchung von mehreren Legierungen ($> 25\text{at.\%Al}$) mit unterschiedlichen C-Konzentrationen zeigt seine Abhängigkeit vom Gehalt an „freiem“ C-Atom deutlich. Die nicht eindeutige Abhängigkeit des Peaks von der Al-Konzentration ist ein Hinweis darauf, dass die Umgebung des C-Atoms keine so große Rolle spielt wie beim S-Peak, dies ist ebenfalls ein indirekter Beleg für die genannte Interpretation des X-Peaks. Die stärkere Abhängigkeit der X-Peakhöhe im Vergleich zum S-Peak, ist nicht nur von der thermischen Vorbehandlung, sondern auch von der Resonanzfrequenz abhängig (der Peak ist bei höheren Frequenzen und daher höheren Temperaturen viel kleiner). Dies lässt auf die Mitwirkung eines zweiten, ausheilbaren Punktdefekts schließen. Positronenannihilationsmessungen (Golovin et al. 2005) sprechen für Leerstellen als zusätzlichen Punktdefekt. Eines der wichtigsten Indizien ist aber der Vergleich von simulierten mit gemessenen Dämpfungsspektren. Die simulierten Daten zeigen nach Einschalten der Wechselwirkung zwischen C-Atom und Leerstelle ($\approx 0,45\text{ eV}$) einen Peak an der Stelle des gemessenen X-Peaks. Der genaue Peak-Mechanismus ist zwar noch nicht so eindeutig wie beim S-Peak geklärt, aber die Beteiligung von Kohlenstoff und Leerstellen ist eindeutig. Carbid-bildende Elemente wie z.B. Ti, Nb unterdrücken den Peak bei gleicher Leerstellenkonzentration vollständig, welches die Beteiligung von Kohlenstoff belegt. Zwei andere Interpretationen aus der Literatur konnten widerlegt werden. Auch in ternären Legierungen lässt sich ein X-Peak finden, hier ist es ebenso wichtig, dass eine bestimmte Fremdkonzentration (z.B. $\text{Al+Si} \hat{=} 25\text{at.\%}$) nicht unterschritten wird. Silizium unterdrückt die Entstehung des X-Peaks leicht. Auch die Leerstellenkonzentration ist geringer, dies lässt wiederum auf eine Beteiligung von Leerstellen schließen.

Da es sich beim X-Peak um zwei interagierende Punktdefekte handelt, die nicht eindeutig voneinander zu trennen sind (z.B. erhöht eine Abschreckbehandlung sowohl die freie C- als auch die Leerstellen-Konzentration), ist die weitere Untersuchung des X-Peaks schwierig. Ob strukturelle oder thermische Leerstellen am X-Peak beteiligt sind, ist noch unklar, dies kann möglicherweise durch Positronenannihilation geklärt werden. Auch eine Teilchen-Bestrahlung (etwa mit Neutronen) von Fe-Al Legierungen (abgeschreckten, für freien Kohlenstoff) mit einer Konzentration unter 25at.\%Al zur Erzeugung von Leerstellen könnte die Leerstellenbeteiligung weiter prüfen helfen.

Z-Peak \equiv Zener-Mechanismus:

Der Peak bei den höchsten Temperaturen ($T \approx 880$ K bei $f \approx 210$ Hz) wird dem Zener-Mechanismus zugeordnet. Die Analyse der Literaturdaten zeigt, dass er nur in einem Al-Konzentrationsfenster von 10 bis 40at.%Al auftaucht, was seine Interpretation als Zener-Effekt stützt. Dazu passt auch der Vergleich der AE ($= 2,75$ eV) mit den Werten der Interdiffusion, die im Bereich von 2,8 eV liegen. Interessant ist das Verhalten des Peaks in unterschiedlichen Phasen: in geordneten Phasen ist die Peakhöhe wie erwartet viel kleiner als in der ungeordneten oder teilgeordneten Phase, da der Umordnungsprozess meist lokal die Ordnung zerstören würde. Dies stützt die Erklärung über den Zener-Mechanismus. Dieser Peak wurde in der Literatur bereits eingehend untersucht. Derzeit wird er von Pavlova (Tula) für ternäre Fe-Al-X-Legierungen erforscht. Eine interessante Anwendung findet der Z-Peak in der Möglichkeit zur Ermittlung von Diffusionsenergien in Multikomponenten-Legierungen.

D-Peak \equiv Versetzungsmechanismen:

Der bei allen Konzentrationen, egal ob abgeschreckt, getempert, verformt oder gealtert, binär oder ternär auftauchende D-Peak im Temperaturbereich von 125 K bis 350 K (bei $f \approx 500$ Hz) kann noch nicht eindeutig einem definierten Mechanismus zugeordnet werden. Sicher sind aber Versetzungen beteiligt. Es handelt sich dabei nicht um einen einfachen Peak, sondern um eine Familie von Peaks, die meist ähnliche AE im Bereich von 0,3 eV bis 0,7 eV aufweisen. Es konnte gezeigt werden, unter welchen Bedingungen der D-Peak entsteht und von welchen er nicht beeinflusst wird. Da die einzelnen gefundenen Peaks (bis zu fünf) sich nicht einfach voneinander trennen lassen, ist die genaue Zuordnung schwierig. Es konnte aber gezeigt werden, dass Versetzungen eine Rolle spielen, deshalb hat er hier auch den Namen D-Peak erhalten (engl. **d**islocation). Für den D-Peak besteht noch ein sehr großes Potenzial für weitere Untersuchungen. So sollte versucht werden, die einzelnen D-Peaks durch geeignete Methoden getrennt und definiert zu erzeugen. Zum Ersten muss die Abhängigkeit der Peaks von der Art der Verformung eindeutig geklärt werden, hierfür könnte man hoch verformte, gedehnte, gebogene und tordierte Proben verwenden. Z.B. lassen sich definierte Versetzungsstrukturen, überwiegend Stufenversetzungen, durch plastisches Biegen erzeugen. Auch durch geeignete thermische Vorbehandlungen plastisch

verformter Proben entstehen definierte Versetzungsstrukturen, es bilden sich etwa durch Erholung nach Verformung Subkorngrenzen. Schließlich kann eine Bestrahlung mit Neutronen Leerstellen erzeugen, deren Wechselwirkung mit den Versetzungstypen definierte Auswirkungen auf das Dämpfungsspektrum (Hasiguti-Peaks) haben sollten.

Bisher konnte die Beteiligung von interstitiellen Fremdatomen auf den D-Peak nicht eindeutig geklärt werden, da die thermische Vorbehandlung sich extrem empfindlich auf die D-Peaks auszuwirken scheint. Hier wären systematische Untersuchungen (Variation der Abschrecktemperatur, der Abschreckrate, des Anlassverhaltens) notwendig, um die Rolle von Punktdefekten bei der D-Peakfamilie aufzuklären.

Die Unterschiede im Verhalten von poly- und einkristallinen Proben könnten den Einfluss von Korngrenzen deutlich machen, wobei über ihre Wechselwirkung mit magnetischen Bereichsgrenzen Veränderungen im magnetisch beeinflussten Teil des Peaks zu erwarten sind. Da erste Beobachtungen (s.a. Nagy 2002) eine deutliche Auswirkung äußerer B-Felder auf verformungsinduzierte Dämpfungspeaks infolge magnetoelastischer Wechselwirkung in ferromagnetischen Legierungen (also solche mit $< 30\text{at.\%Al}$) gezeigt haben, könnten weitere Untersuchungen mit angelegtem Magnetfeld auch Aufschluss für das Verständnis des D-Peaks bringen.

Anhang A

Experimenteller Aufbau

Im folgenden Anhang befindet sich die Beschreibung der hauptsächlich verwendeten Vibrating-Reed-Anlagen, mit denen die Untersuchungen an Fe-Al-Legierungen durchgeführt wurden. Prinzipiell sind beide Anlagen sehr ähnlich aufgebaut, so dass die allgemeine Beschreibung für beide Anlagen gleichermaßen gilt und erst im Folgenden auf die Besonderheiten der jeweiligen Anlage eingegangen wird.

Zunächst werden die Komponenten dargestellt und im Weiteren der mechanische, optische und elektronische Aufbau besprochen. Anschließend folgt die Beschreibung des Messablaufes.

A.1 Aufbau der Vibrating-Reed-Anlagen

Der Vakuum-Rezipient beinhaltet Probe, Ofen und Schwingungsanregung. Die Probe selbst wird mit einem Laser beleuchtet und die elektrostatisch angeregte Resonanzschwingung mit einem Detektor erfasst. Die Temperaturregelung erfolgt über zwei Heizungen. Um während der Messungen eine gute Temperaturregelung gewährleisten zu können, wird diese an drei unterschiedlichen Stellen gemessen.

A.1.1 Mechanischer Aufbau

Die gesamten Messungen wurden im Vakuum durchgeführt, da Luftreibung eine Verfälschung der Dämpfungsmessung hervorgerufen hätte. Dabei beträgt der maximal zulässige Druck 10^{-5} mbar. Hinzukommt, dass unter Normalatmosphäre und hohen Temperaturen es zu einer Reaktion mit Fremdatomen, z.B. einer Oxidation, kommen kann, die sich sehr störend auswirken würde.

Des Weiteren muss darauf geachtet werden, dass die Messungen in einer KW (Kohlenwasserstoff) freien Umgebung vorgenommen werden, da sich schon geringste Mengen KW bei ihrer Kondensation als Dämpfungspeak bemerkbar machen.

Für die Erzeugung des Vakuums wird ein Doppelpumpstand verwendet und als Vorpumpe dient eine Drehschieberpumpe (VR-1) oder eine ölfreie Membranpumpe (VR-2). Für beide Apparaturen dient als Hauptpumpe eine Turbomolekularpumpe, die mechanisch vom Rezipienten über einen Wellschlauch entkoppelt ist. Die mechanischen Erschütterungen der Pumpen machen sich lediglich in einem kleinen Frequenzbereich bemerkbar.

Anlage zur Messung von Bulk Materialien (VR-1)

Die Anlage (VR-1) ist geeignet *Vibrating-Reed* Messungen an massiven Proben, wie zum Beispiel Fe-Al-Legierungen oder metallischen Gläsern, durchzuführen.

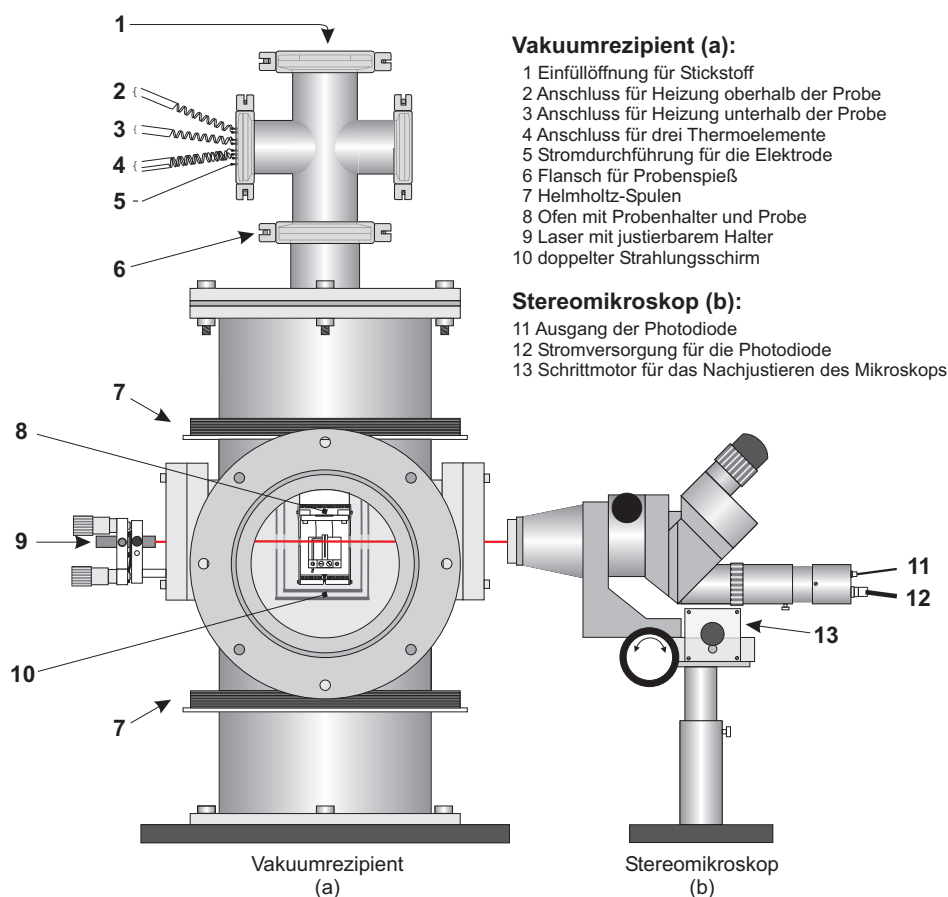


ABB. A.1: (a) Vakuumrezipient; (b) Stereomikroskop [Nag02].

Sie wurde von Bothe [Bot85] entwickelt und in mehreren Diplom- und Doktorarbeiten verbessert, u.a. durch Hoppe [Hop86], Obert [Obe88], Böwe

[Böw92], Kabus [Kab97], Zimmermann [Zim97], Nagy [Nag02] und Strahl [Str02].

Der Vakuumrezipient (Abb. A.1a) besteht aus einem fest installierten Teil mit Helmholtzspulen (A.1-7), Laser (A.1-9), Strahlungsschild (A.1-10) und UHV-Fenster und einem Probenspieß mit Heizung (A.1-2,3), drei Thermoelementen (A.1-4), Anregung (A.1-5), Ofen, Probenhaltern und Probe (A.1-8). Der Probenspieß lässt sich herausnehmen und besteht aus einem Metallrohr, in das oben der Einfüllstutzen für den flüssigen Stickstoff eingelassen ist (A.1-1) und an dessen Ende sich die Halterung für die Probe befindet. Der Ofen selbst ist abnehmbar und wird für Messungen über die Probe gesteckt und am Probenspieß verschraubt. Die Anschlüsse für Heizungen, Thermoelemente und Anregungselektrode werden durch das Vakuum nach außen geführt. Der Spieß lässt sich durch einen Flansch am Rezipienten anbringen (A.1-6). Während der Messungen passiert der Laserstrahl (A.1-9) die Probe und trifft anschließend auf ein Stereomikroskop bei dem nur ein optischer Weg benutzt wird. Zur Justierung ist das Mikroskop in alle Raumrichtungen beweglich. Die neuen doppelten Strahlungsschilde behindern die Messung mit eingeschaltetem Magnetfeld (Magnetfeld am Probenort sehr klein), erleichtern den Einbau jedoch erheblich.

Anlage zur Messung dünner Schichten (VR-2)

Mit der Vibrating-Reed-Anlage (VR-2) können dünne Schichten untersucht werden, für die sie besonders geeignet ist, aber auch Bulk-Materialien. Sie wurde von Kempen [Kem96] und Harms [Har99] aufgebaut und von Klose [Klo99], Nagy [Nag02], Strahl [Str02] und Eggers [Egg04] genutzt und verbessert.

Der Rezipient und das optische System der Anlage zur Messung dünner Schichten (Abb. A.2) besteht aus einem Vakuumraum, in dem der Probenhalter mit Probe (A.2-10) auf die untere Heizung (A.2-11) geschraubt wird. Darüber wird ein Ofen gestellt (A.2-9), der von drei Strahlungsschilden (A.2-8) umgeben ist. Die Strahlungsschilde vermindern die Abgabe von Wärme an die Umgebung. Der Vakuumraum wird mittels ei-

ner Edelstahlhaube (A.2-3), die über den gesamten Aufbau gestülpt wird, geschlossen. Auf der Edelstahlhaube ist ein Messinggewicht (A.2-2) angebracht, um den Anpressdruck für die Dichtung zwischen Haube und Bodenplatte zu erhöhen.

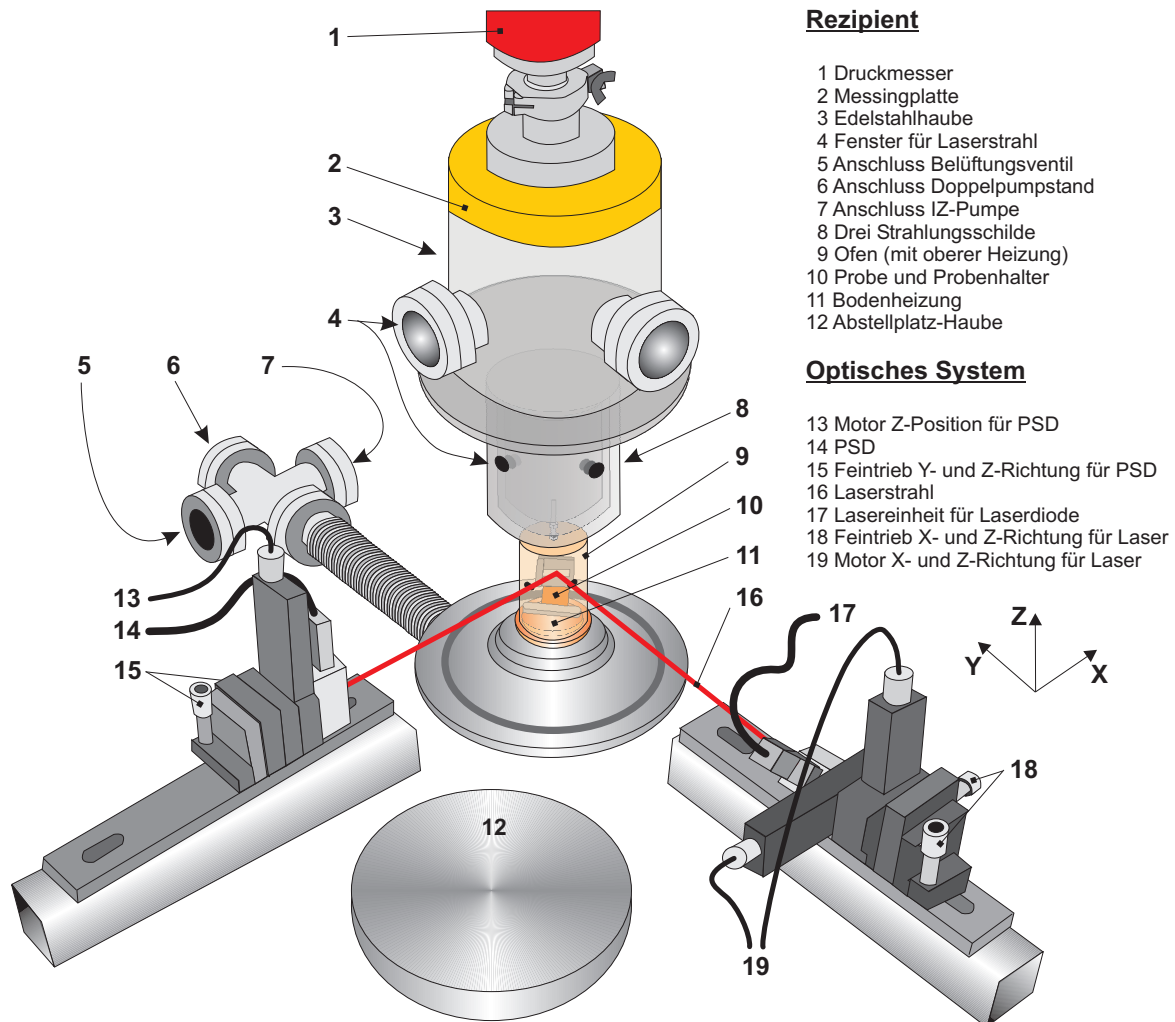


ABB. A.2: Anlage zur Messung dünner Schichten [Str02].

Durch vakuumdichte Fenster im Rezipient wird die Probe in einem Winkel von ca. 45° mit einem Laser (A.2-17) angestrahlt und der Intensitätsschwerpunkt des reflektierten Laserstrahls von einer PSD (position sensitive diode) (A.2-14) eingefangen.

Die Feinjustierung des Lasers kann manuell durch zwei Feinmechaniktriebe (A.2-18) oder elektrisch durch zwei Motoren (A.2-19) in X- und Z- Richtung bewegt werden. Die PSD Justierung kann mechanisch in Y- und Z- Richtung durch zwei Feinmechaniktriebe (A.2-15) sowie in Z- Richtung elektrisch durch einen Motor (A.2-13) erfolgen. Am Kreuzstück

ist an einem der vier Anschlüsse der Doppelpumpstand (Drehschieber- bzw. Turbomolekular-Pumpe) (A.2-6) angeschlossen. Am nächsten Anschluss ist noch ein Ventil (A.2-5) zur Belüftung des Rezipienten angebracht. Die Apparatur steht auf einer Granitplatte, um das System von der Umgebung mechanisch zu entkoppeln.

A.1.2 Probe und Probenhalterung

Probenhalter, Ofen und Probenspieß sind zum größten Teil aus Kupfer¹ und Edelstahl² gefertigt. Der Ofen umschließt den Probenhalter vollständig, lediglich für den Laser sind eine kleine Ein- bzw. Austrittsöffnung ausgespart. Ein gebogenes Kupferblech wird zur Befestigung des Probenhalters an der Heizungsgrundplatte verwendet (in Abb A.3 „Lasche“ genannt). Dieses Kupferblech dient gleichzeitig als Störschwingungsdämpfer des Halters zur Anlage und als Justiermöglichkeit des Probenhalters. Kupferblech wird aus dem einfachen Grund verwendet, da lediglich Kupfer auch in dünnen Blechen eine ausreichende Wärmeleitfähigkeit bei gleichzeitig leichter plastischer Verformbarkeit besitzt.

Ofen und Probe der VR-1

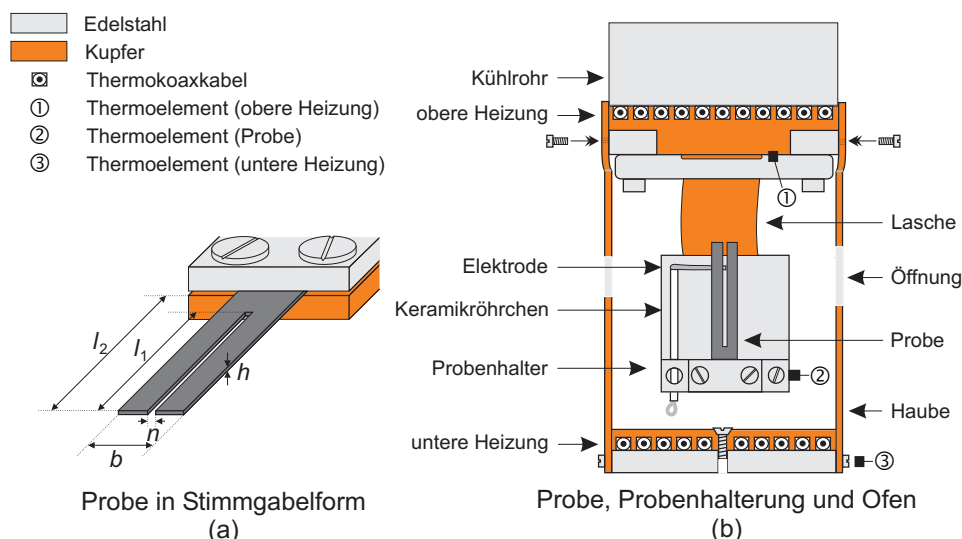


ABB. A.3: (a) Probe; (b) Probe, Probenhalterung und Ofen [Nag02].

¹dies besitzt eine gute thermische Leitfähigkeit.

²Edelstahl hat einen sehr kleinen thermischen Ausdehnungskoeffizienten sowie eine geringe Wärmeleitfähigkeit und ist daher gut für Vakuumanlagen geeignet.

Die verwendeten Proben sind meist stimmgabel- oder balkenförmig. Der Vorteil der Stimmgabelform ist, dass sie zwei Resonanzfrequenzen besitzt, eine im Gleichschwingzustand und eine im Gegenschwingzustand. Besonders im Gegenschwingzustand ist die Probenresonanz optimal von parasitären Systemschwingungen entkoppelt.

Ofen und Probe der VR-2

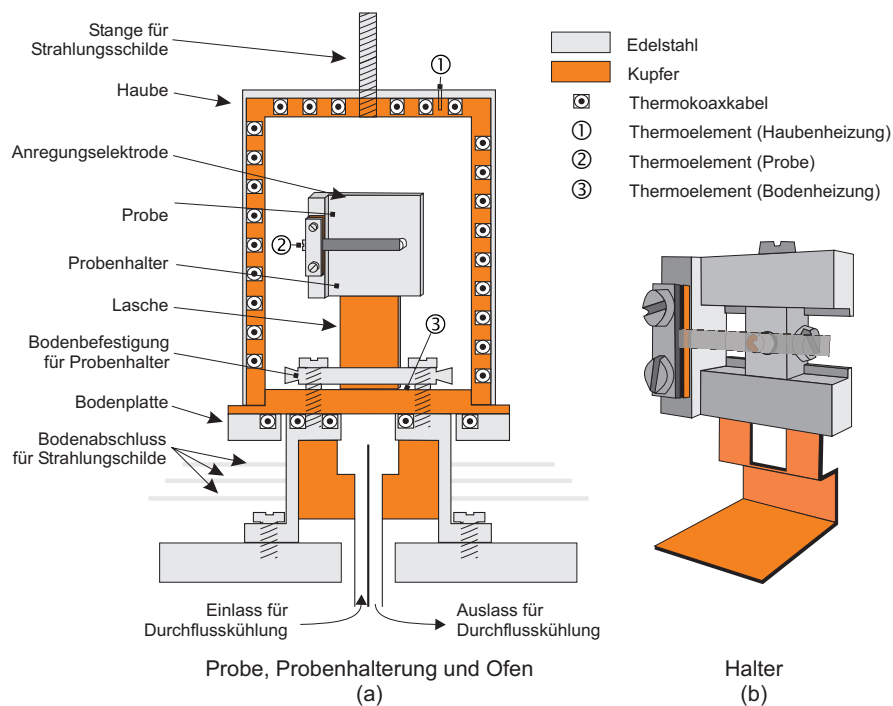


ABB. A.4: (a) Probe, Probenhalterung und Ofen; (b) Halter [Str02].

Der Ofen der VR-2 wird durch drei Strahlungsschilde von der Umgebung abgeschirmt. Für die Proben sind zwei unterschiedliche, optimierte Halter installiert. Zum einen für Messungen an dünnen Schichten, zum anderen für Bulk-Proben. Der Probenhalter für Bulk-Proben ist auf zwei Achsen einstellbar, so dass die Anregungselektrode möglichst dicht an die Probe herangebracht werden kann.

A.1.3 Anregung und Detektion

Die Schwingung wird elektrostatisch angeregt. Der Frequenzgenerator erzeugt eine Wechselspannung, die von einer Gleichspannung überlagert wird, um die Kraftwirkung auf die Probe zu erhöhen und die Frequenzverdopplung zu vermeiden, siehe Bothe ([Bot85] S.9). Das überlagerte

Signal wird an eine seitlich zur Probe angebrachte Elektrode (Abstand Probe, Elektrode: einige mm) angelegt (Abb. A.3a, A.4a). Sobald die Frequenz der angelegten Spannung der Resonanzfrequenz oder einer Oberschwingung entspricht, beginnt die Probe zu schwingen.

Schattenwurfverfahren bei der VR-1

Um die Schwingung zu detektieren, wird bei der vorgestellten Anlage zur Messung von massiven Proben die Schattenwurfmethode verwendet. Der Laserstrahl wird mittels eines Mikroskops aufgeweitet und der Schatten der Probe auf einem Spalt abgebildet. Zur Detektion befindet sich hinter dem Spalt eine Photodiode. Die Schwingung des Schattens der Probe ändert die Intensität der auf der Photozelle auftreffenden Strahlung. Damit werden die Frequenz und die Amplitude der Schwingung gemessen.

Lichtzeigerverfahren bei der VR-2

Zur Messung dünner Schichten wird bei der beschriebenen Anlage das Lichtzeigerprinzip verwendet.

Durch Reflektion wird der Laserstrahl von der Probe auf die PSD abgebildet. Durch die Auslenkung, die die Elektroden Spannung hervorruft, ändern sich die Winkel und es kommt zu einer Positionsänderung auf der PSD. Diese wird von einem Rechner nach vorheriger Umwandlung in eine Spannung ausgelesen. Um die Schwingungsmoden und die Krümmungen feststellen zu können ist der Laser verschiebbar [Kem96], [Har99].

A.1.4 Elektronischer Aufbau

Schaltbild der VR-1

Mit einem aufmodulierten etwa eintausendmal höheren Gleichspannungssignal (LA10A Electro-Optics-Developments) regt der Rechner mit einem Funktionsgenerator (DS335 Stanford Research System) die Probe zur Schwingung an. Die frei abklingende Schwingung wird dabei von einer Soundkarte (AD 1816 AnalogDevices) erfasst und kann zur Einstellung bzw. Überprüfung der Resonanzfrequenz mit einem Oszilloskop

angezeigt werden. Die Frequenz und die Dämpfung werden unmittelbar bestimmt. Der Rechner liest aus vier Thermoelementen (drei im Rezipienten, eine als Referenzstelle) über einen Scanner (Keithley 199) die Spannungen aus und rechnet sie in reale Temperaturen um.

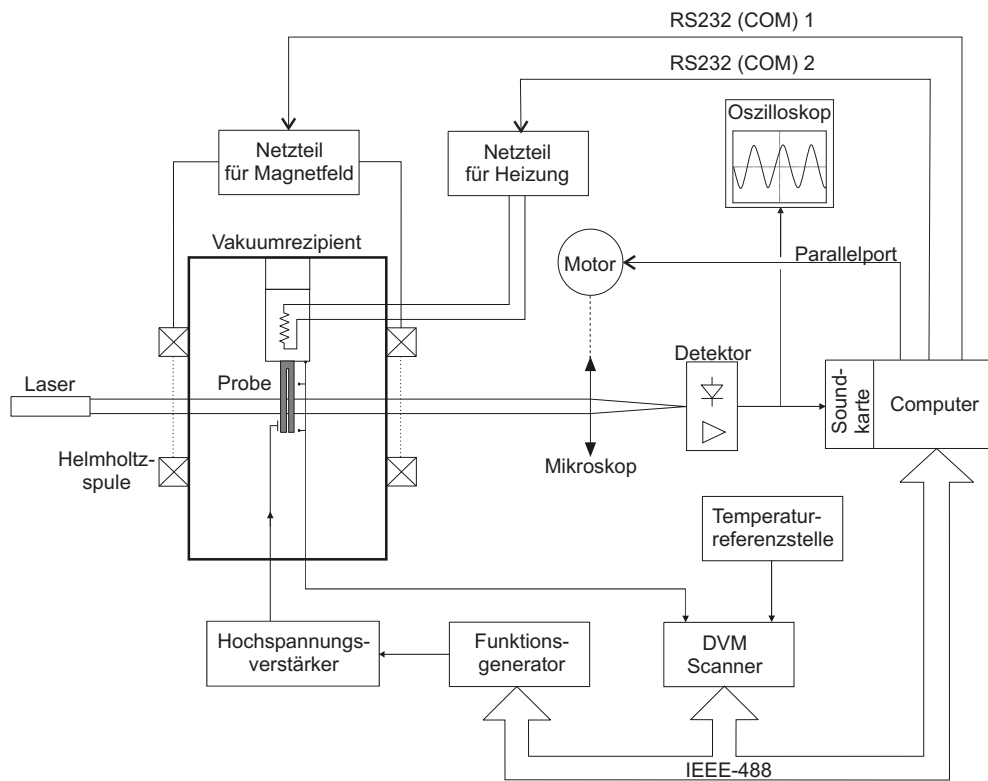


ABB. A.5: Schaltbild des elektronischen Aufbaus der VR-1 [Str02].

Sofern Soll- und Ist-Wert der Temperatur nicht übereinstimmen, kann der Computer über eine PI-Regelung ein Netzteil (Digimess PN300 30V Grundig) ansteuern, mit dem beide Heizungen im Rezipienten mit Strom versorgt werden.

Schaltbild der VR-2

Nachdem ein Gleichspannungsanteil von 0 bis 335 V (Verstärker, Selbstbau [Klo99]) hinzuaddiert wurde, wird die Probe mit einem Funktionsgenerator (DS335 Stanford Research System) in Schwingung gebracht. Die frei abklingende Schwingung wird von einer PSD aufgenommen und nach einer Verstärkung und Filterung vom Computer über eine A/D-Wandlerkarte (Fast TR1202) ausgelesen. Verschiedene Filterpässe im Computer können so eingestellt werden, dass störende Spiegel-, Rausch-

und Lichtfrequenzen herausgefiltert werden. Der Filter dient der besseren Trennung der Frequenzen. Einzelne Frequenzen werden durch kleine Dämpfungen überlagert. Bei der Anlage zur Messung von Bulk-Materialien werden solche Filter nicht benötigt, da hier die auftretenden Dämpfungen viel größer sind.

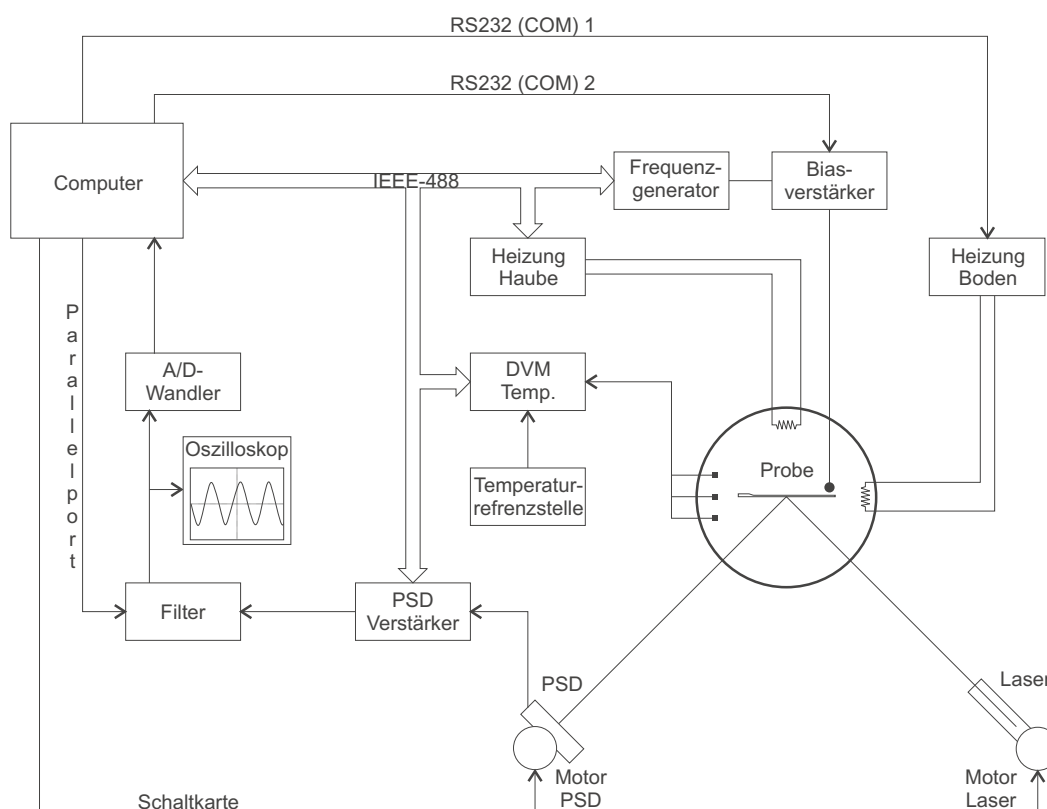


ABB. A.6: Schaltbild des elektrischen Aufbaus der VR-2 [Str02].

Durch Anschluss an ein Oszilloskop kann die Resonanzfrequenz der gefundenen Frequenz eingestellt bzw. überprüft werden. Die Bestimmung der Frequenz und der Dämpfung erfolgt direkt durch den Computer. Der Rechner liest ebenfalls wie bei der VR-1 aus drei Thermoelementen über ein Digitalvoltmeter die Spannungen aus und rechnet sie in reale Temperaturen um. Sollten Soll- und Ist-Wert auch hier voneinander abweichen, steuert der Rechner ein Netzteil (Grundig PN 300) für die Haubenheizung und ein Netzteil (Conrad Digi 35 CPU) für die Bodenplattenheizung an. Um die Krümmung zu messen kann der Laser mit Hilfe des Computers in X- und Z-Richtung und die PSD in Z-Richtung bewegt werden.

A.1.5 Temperaturregelung

Die Temperatur ist eine der Hauptmessgrößen der Vibrating-Reed Messung. Daher wird besonders auf ihre Steuerung, Messung und Reproduzierbarkeit geachtet. Relativ langsame Temperaturänderungen sollen den Verlust der Schwingungsmoden während der Messung durch Frequenzshift möglichst gering halten und dienen dazu eine möglichst geringe Abweichung der Soll- und Ist-Werte zu erreichen. Eine Heizrate von mehr als 4 K pro Minute sollte entsprechend nicht überschritten werden. Beide Heizkreise sind elektrisch voneinander getrennt. Zusätzlich besteht die Ohmsche Heizung aus bifilar gewickelten Thermokoaxialkabeln, um die erzeugten Magnetfelder der Wicklungen auszugleichen. Die Temperaturmessung wird mit drei Ni/CrNi-Thermoelementen durchgeführt, deren genaue Lage sich aus Abbildung A.3 bzw. A.4 entnehmen lässt.

Bei der VR-1 Anlage gilt die Besonderheit, dass durch die Einfüllung flüssigen Stickstoffs eine minimale Temperatur von 90K erreicht werden kann. Hier sind Messungen während der Abkühlphase durch die starken Erschütterungen des verdampfenden Stickstoffes nicht möglich, so dass die Messungen während der Erwärmung durchgeführt werden. Anders verhält es sich bei VR-2 Anlage, bei der der flüssige Stickstoff durch eine Durchflussanlage die Temperatur bis zu einem Maximum von 100K abkühlt. Durch die Regulierung der Durchflussmenge ist es möglich die Abkühlrate gering zu halten, so dass während der Abkühlphase gemessen werden kann. Durch die geringe Verdampfung des flüssigen Stickstoffs entstehen keine nennenswerten Erschütterungen der Anlage, die das Messergebnis beeinflussen könnten.

A.1.6 Schwingungsanalyse (Free-Decay)

Stark vereinfacht dargestellt, wird das Free-Decay-Verfahren zur Analyse der Dämpfung und Bestimmung der Frequenz bei beiden Anlagen verwendet, d.h. die Probe wird elektrostatisch zur Resonanzschwingung gebracht, danach die Anregung abgeschaltet und die frei abklingende Schwingung untersucht.

Aus der ermittelten Periodendauer T wird die Frequenz bestimmt. Für kleine Dämpfungen $\Phi \ll 1$ gilt daher:

$$\tan \Phi \approx \Phi \approx \frac{\delta}{\pi} \approx Q^{-1} \quad \text{mit} \quad \delta = \ln \left(\frac{A_n}{A_{n+1}} \right)$$

δ wird logarithmisches Dekrement genannt. Im Prinzip dient diese Darstellung der Übersicht. Das eigentlich durchgeführte Verfahren gestaltet sich im Detail wesentlich komplizierter [HKN99] oder [Dol99]³.

Hervorgerufen durch thermische Veränderungen der Probe ändert sich während einer Messung permanent die Resonanzfrequenz. Bei der nächsten Anregung, wird die jeweils zuvor gefundene neue Resonanzfrequenz an die Probe angelegt. Nach Beendigung der Messung können die neue Frequenz (aus der das Elastizitätsmodul folgt) und die Dämpfung als Funktion der Temperatur aufgetragen werden.

A.1.7 Ablauf der Messung

Die Proben müssen sauber und frei von Fetten sein, bevor sie für Messungen verwendet werden können. Mit Alkohol oder Aceton lassen sich die störenden Rückstände entfernen ohne die Eigenschaften der verwendeten Materialien zu verändern (gilt für VR-1 Proben). Nach dem Einspannen wird die Probe auf dem Probenhalter befestigt, die Spannungszuführung für die Elektrode eingehängt und das Probenthermoelement an den Halter geschraubt. Danach wird die Haubenheizung über die Probenhalterung gesetzt und das dritte Thermoelement gesichert. Der Probenspieß wird nun in den Rezipienten der Anlage eingeführt (Abb. A.1a) und bei der VR-1 Anlage mit einem Vakuumflansch gesichert. Bei der VR-2 Anlage kann nun die Edelstahlhaube über den Ofen gestülpt werden. Vor Beginn der Messung sollte der Widerstand (bzw. der Stromfluss) zwischen Elektrode und Rezipienten (Masse) gemessen werden, da es oft zu Kurzschlüssen zwischen Elektrode und Ofen kommt.

Auch der Widerstand der Heizung sollte überprüft, sowie der Laserstrahl entsprechend justiert werden. Sobald das Vakuum erreicht wurde beginnt die Suche nach der Resonanzfrequenz. Befindet sich der Detektor im Strahlengang, kann die Eigenfrequenz und damit die Resonanzfrequenz am Oszilloskop abgeschätzt werden.

Ist die Resonanzfrequenz am Funktionsgenerator eingestellt, kann mit der Feinjustage begonnen werden. Nach Justierung der Anlage können die Oberschwingungen durch manuelles Durchfahren der Frequenzen am

³Es sei angemerkt: Die Notwendigkeit dafür wird darin deutlich, dass z.B. bei der Untergrunddämpfung des reinen Si-Balkens von $Q^{-1} \simeq 10^{-7}$ ein Abfall der Amplitude um 10 % erst nach 3300 sek, d.h. ca. 1 h erfolgt ist (bei typischen Frequenzen von 10^3 Hz). Bei den hier untersuchten Proben ist allerdings die Dämpfung um ein Vielfaches höher.

Funktionsgenerator gesucht werden. Die ermittelten Frequenzen, die Heizrate, die Messzeit, eventuelle Stromstärke für das Magnetfeld und einige zusätzliche Parameter sind in die Parameter-Datei einzutragen [Klo99].

Nach dem Start der Messung läuft diese computergesteuert ab und dauert zwischen 20 und 40 Stunden.

Anhang B

Daten

B.1 Liste der Proben

Probe	Nr.	Zusammensetzung, at.%					
		C	Al	Cr	Si	Ge	X
Fe-00Al	513	0,047	-	-	-	-	-
α -Fe	dec		-	-	-	-	-
Fe-03Al	542	0,0032	2,9	-	-	-	-
Fe-03Al-C	543	0,0055	3,3	-	-	-	-
Fe-08Al	114	0,07	7,6	-	-	-	-
Fe-09Al	72	0,231	8,7	-	-	-	-
Fe-10Al	710		10,6	-	-	-	-
Fe-11Al	115		10,8	-	-	-	-
Fe-17Al	116		16,6	-	-	-	-
Fe-22Al	pozd	0,03	21,5	-	-	-	-
Fe-25Al	416	0,041	25,4	-	-	-	-
Fe-25Al	318	0,0245	25,6	-	-	-	-
Fe-25Al	rohk	0,033	24,9	-	-	-	-
Fe-26Al	482	0,006	25,3	-	-	-	-
Fe-27Al	str27	0,0123	26,6	-	-	-	-
Fe-31Al	514	0,0031	30,7	-	-	-	-
Fe-31Al-0,04C	515	0,0067	31,0	-	-	-	-
Fe-31Al-0,10C	516	0,0099	31,2	-	-	-	-
Fe-31Al	mosc		31,3	-	-	-	-
Fe-39Al	morr		39,1	-	-	-	-
Fe-39Al	317	2,92	39,0	-	-	-	-
Fe-44Al	536	0,0025	43,0	-	-	-	-
Fe-44Al-0,1C	537	0,0142	44,4	-	-	-	-
Fe-50Al	509			-	-	-	-
Fe-26Al-2Ti				-	-	-	
Fe-26Al-4Ti				-	-	-	
Fe-26Al-0,3Nb				-	-	-	
Fe-27Al-4Cr-Ti	kopti	0,028	27,2	4,2	-	-	1,2 Ti
Fe-3Cr	545		-		-	-	-
Fe-3Cr-C	546		-		-	-	-

Probe	Nr.	Zusammensetzung, at. %					
		C	Al	Cr	Si	Ge	X
Fe-5Al-26Cr	521	0,007	5,07	23,6	-	-	-
Fe-14Al-16Cr	519	0,034	13,9	16,0	-	-	-
Fe-20Al-2,5Cr	548				-	-	-
Fe-27Al-2Cr	kopcr	0,04	27,0	2,1	-	-	-
Fe-25Al-2,5Cr	549				-	-	-
Fe-26Al-5Cr	517	0,012	25,6	5,2	-	-	-
Fe-25Al-9Cr	550				-	-	-
Fe-25Al-15Cr	534	0,0020	25,0	14,7	-	-	-
Fe-25Al-25Cr	540				-	-	-
Fe-28Al-15Cr	535	0,0005	27,9	15,1	-	-	-
Fe-31Cr	523	0,1	0,65	26,8	-	-	-
Fe-3Si	544		-	-		-	-
Fe-8Al-7Si	557	0,0182	7,9	-	6,8	-	-
Fe-6Al-9Si	530	0,0086	5,5	-	9,6	-	-
Fe-5Al-12Si	528	0,008	5,0	-	21,0	-	-
Fe-12Al-12Si	527	0,024	12,4	-	12,9	-	-
Fe-20Al-5Si	525	0,012	20,7	-	4,8	-	-
Fe-20Al-5Si	526	0,012	19,6	-	4,5	-	-
Fe-14Si	532	0,0052	0,2	-	13,9	-	-
Fe-25Si	533		-	-	25,0	-	-
Fe-3Ge	551	0,287	-	-	-	4,2	-
Fe-20Al-5Ge	522	0,0076	20,2	-	-	4,9	-
Fe-25Al-2,5Ge	553	0,0062	25,0	-	-	3,8	-
Fe-13Al-12Ge	554	0,0423	13,9	-	-	13,9	-
Fe-23Ge	538	0,014	-	-	-	26,0	-
Fe-28Ge	539	0,023	-	-	-	34,7	-
Fe-3Co	555	0,0199	-	-	-	-	3,5Co
Fe-20Al-5Co	531	0,006	19,9	-	-	-	4,6Co
Fe-30Co	524	0,0078	-	-	-	-	
Fe-1Mn	556	0,0103	-	-	-	-	0,44Mn
Fe-25Al-2Mn	348		25,0	-	-	-	2Mn (3)
Fe-25Al-5Mn	349		25,0	-	-	-	5Mn (6)

Tabelle B.1: Liste der verwendeten Proben.

B.2 Tabelle der Wert-Koeffizienten

Probe	Temperatur an der isotherm gemessen wurde und deren Wert-Koeffizienten													
C-Fe	T, C	93	102	107	122									
	n	1,05	0,85	0,96	0,97									
C-Fe-8Al	T, C	88	101	111	125	147	174	179	193					
	n1	0,89	0,87	0,65	0,63	0,55	0,67	0,85	0,72					
	n2	0,43	0,47	0,36	0,42	0,47	0,38	0,45	0,37					
C-Fe-9Al	T, C					126	146	170	195	220				
	n1					0,78	0,68	0,6	0,59	0,57				
	n2					0,39	0,28	0,26	0,21	0,24				
C-Fe-26Al	T, C							180	190	200	218	236	245	265
	n1							0,97	0,79	0,9	0,72	0,65	0,59	1,7
	n2								0,55	0,47	0,45	0,47	0,59	0,27
C-Fe-40Al	T, C											245	307	
	n1											0,6	0,84	
	n2											0,47	0,26	

TABELLE B.2: Alle Wert-Ergebnisse.

B.3 Liste mit VR-Daten (Literatur)

Probe	Peak	Temperatur [K]	Frequenz [Hz]	AE [eV]	τ_0 [s]	Ref
α -Fe	S	314	1	0,87	1,9E-15	[Wel96]
α -Fe	S			0,83	3,45E-15	[PJ96]
α -Fe	S			0,84		[BKS00]
0,006	S	313	0,79	0,84		[JBH66]
0,1	S	314	0,81	0,84		[JBH66]
0,2	S	314	0,8	0,84		[JBH66]
0,68	S	313	≈ 1	0,83		[Tan71]
1,54	S	318	≈ 1	0,84		[Tan71]
2,3	S	318	≈ 1	0,84		[Tan71]
3,8	S	≈ 330	$\approx 0,7$			[HI66]
4	S	≈ 330	0,79	$\approx 0,89$		[JBH66]
5,86	S	348	≈ 1	0,92		[Tan71]
7,2	S	≈ 347	$\approx 0,7$			[HI66]
7,9	S	350	0,79	0,94		[JBH66]
7,9	S	372	1	0,99		[GPG98]
8	S	363	≈ 1	0,97		[KMP81]
8,79	S	353	≈ 1	0,94		[Tan71]
11,1	S	363	≈ 1	0,96		[Tan71], [TS71]
	Z	803	$\approx 1,3$	2,85	3,66E-19	[Tan71], [TS71]
11,7	S	392	1,42	1,04/1,03	4,8E-15	#
	Z	833	1,34	2,51	7,73E-17	#
11,7	S	403	1,9	1,02		[GNRS04]
	Z	804	1,77	2,3		[GNRS04]
11,7	S	388	1	1,03		[GPG98]
12	S	383	≈ 1	1,02		[KMP81]
12,8	Z	829		2,52		[SS60]
13,3	S	373	≈ 1	1		[Tan71], [TS71]
13,3	Z	793	$\approx 1,3$	2,76	4,12E-19	[Tan71], [TS71]
14	Z			2,6	4,12E-17	[Fis62]
14,2	S	382	≈ 1	1,02		[Tan71], [TS71]
	Z	813	$\approx 1,3$	2,72	1,46E-18	[Tan71], [TS71]
14,7	S	431	1,72	1,1		[GNRS04]
	Z	804	1,77	2,2		[GNRS04]
16	S	410	1	1		[KMP81]
16,3	S	423	2,04	1,11/1,07	4,6E-15	[Tan71]
16,9	S	403	$\approx 1,3$	1,07		[Tan71], [TS71]
	Z	788	$\approx 1,3$	2,8	1,49E-19	[Tan71], [TS71]
17	Z			2,4	8E-17	[Fis62]
18,9	S	403	≈ 1	1,06		[Tan71], [TS71]
	Z	768	$\approx 1,3$	2,56	1,63E-18	[Tan71], [TS71]
19,4	S	423	≈ 1	1,12		[Tan71], [TS71]
	Z	768	$\approx 1,3$	2,48	6,23E-18	[Tan71], [TS71]
19,6	S	428	0,9	1,15/1,10	5,2E-15	#

B.3. LISTE MIT VR-DATEN (LITERATUR)

Probe	Peak	Temperatur	Frequenz	AE	τ_0	Ref
	Z	778	0,9	2,37	7,84E-17	#
21,7	S	444	1,99	1,17/1,11	4,2E-15	#
	Z	778	1,81	2,32	8,22E-17	#
21,7	Z			2,46	1,5E-17	[SS60]
21,7	S	300-400	10^{-4} - 10^2	1,32/1,23	≈ 10 E-16	[GNRS04]
21,7	Z	< 730	10^{-4} - 10^2	2,81	9,1E-18	[GR06a]
21,7	Z	730-773	10^{-4} - 10^2	2,47	4,3E-17	[GR06a]
21,8	S	423	$\approx 1,3$	1,13		[Tan71], [TS71]
	Z	775	$\approx 1,3$	2,61	1,35E-18	[Tan71], [TS71]
22,4	Z			2,39	5E-17	[Fis62]
22,4	Z			2,3	6E-16	[Fis62]
22,5	S	434	1,29	1,16/1,11	4,2E-15	#
	Z	796	1,09	2,41	8,04E-17	#
23,9	S	524	1439	1,13	1,4E-15	[Nag02], [NHKN02]
24,25	S			1,18	1,22E-15	[Str02]
24,25	S	545	3702	1,08	9E-15	[Nag02], [NHKN02]
24,5	S	433	≈ 1	1,15		[Tan71], [TS71]
	Z	775	$\approx 1,3$	2,37	5,18E-17	[Tan71], [TS71]
24,8	S		≈ 1000	1	3,1E-13	[Hre63]
	Z	≈ 950	≈ 950	2,65	3,9E-18	[Hre63]
24,9	S	484	89	≈ 1	1,4E-13	[RS96], [Rok01]
25,1	S	433	≈ 1	1,15		[Tan71], [TS71]
	Z	778	$\approx 1,3$	2,39	2,76E-17	[Tan71], [TS71]
25,3	S	425/408	0,1	1,22/1,17		[GNRS04]
	X	558/584	0,1	1,62/1,70		[GNRS04]
25,3	S	433	2,44	1,13		[GNRS04]
	X	598	2,35	1,58		[GNRS04]
	Z	806	1,9	2,2		[GNRS04]
25,6	D	≈ 230	668	$\approx 0,5$		[Str02]
25,9	S	434	2,3	1,13		[GNRS04]
	X	595	1,94	1,58		[GNRS04]
	Z	806	1,92	2,2		[GNRS04]
25,9	Z	< 820	10^{-4} - 10^2	2,96	4,8E-19	[GR06a]
25,9	Z	> 820	10^{-4} - 10^2	2,44	8,0E-17	[GR06a]
26,28	S			1,18	1,2E-15	[Str02]
26,28	D	190	≈ 350	0,32	1,6E-12	[Nag02], [NHKN02]
26,28	S	500	314	1,23	2,2E-16	[Nag02], [NHKN02]
	X	720	318	1,61		[Nag02], [NHKN02]
	Z	906	306	2,28	1E-16	[Nag02], [NHKN02]
26,6	S	536	2109	1,12	3,2E-15	[Nag02], [NHKN02]
	S			1,11	1,25E-15	[Str02]
27,1	Z			2,46		[SS60]
27,1	S	433	≈ 1	1,15		[Tan71], [TS71]
	Z			2,29	3,10E-16	[Tan71], [TS71]
29	S	453	≈ 1	1,03	1,92E-13	[ZHG04]
	X	603	≈ 1	1,15	1,15E-15	[ZHG04]
30	S			1,22	1,14E-15	[Str02]

Probe	Peak	Temperatur	Frequenz	AE	τ_0	Ref
	X			1,73	8,35E-16	[Str02]
30	S	438	≈ 1	1,17		[Tan71], [TS71]
	Z			2,31	1,53E-16	[Tan71], [TS71]
30,22	S	$\approx 560-580$	8-36 kHz	$\approx 1,1-1,3$		[HOS97]
	X	≈ 800	≈ 20 kHz	$\approx 1,55$		[HOS97]
	Z			2,38	1,16E-17	[HOS97]
31,5	X			1,54	1,7E-14	[Rok00], [Rok01]
31,5	S	462	1,79	1,23/1,20	3,4E-15	#
	X	615	1,69	1,65	2,83E-15	#
	Z	788	1,61	2,36	7,95E-17	#
34	S	441	1,6	1,26	0,67E-15	[SDM ⁺ 97], [Dam98]
	X	587	1,3	1,69		[SDM ⁺ 97], [Dam98]
35	S	472	2,4	1,25	4,87E-15	#
	X	613	2,28	1,62	3,35E-15	#
	Z	803	2,16	2,39	7,35E-17	#
37,5	S	450	1,6	1,26	0,13E-14	[Dam98]
	X	598	1,4	1,65	2,0E-15	[Dam98]
37,5	S	460	2	1,25	1E-13	[SDM ⁺ 97]
	X	620	2	1,7	E-13	[SDM ⁺ 97]
39	S	450	1,3	1,18	E-14	[SDM ⁺ 97], [Dam98]
	X	620	2	1,7	E10-13	[SDM ⁺ 97], [Dam98]
40	S	475	2,01	1,25	4,32E-15	[GPZG02]
	X	618	1,93	1,64	3,48E-15	[GPZG02]
	Z	789	1,84	2,35	8,43E-17	[GPZG02]
40	S	425	0,1	1,23		[GNRS04]
	X	575	0,1	1,68		[GNRS04]
40	S			1,29	1,02E-15	[Str02]
	X			1,69	8,53E-16	[Str02]
43	S	483	≈ 1	1,05	1,14E-12	[WHG ⁺ 06]
	X	623	≈ 1	1,67	6,84E-14	[WHG ⁺ 06]
	X	723	≈ 1	1,76	2,14E-14	[WHG ⁺ 06]
45	S	470	1,5	1,34	0,71E-15	[Dam98]
	X	648	1,25	1,7	E-14	[Dam98]
45	X	680	2	1,79	1E-13	[SDM ⁺ 97]
50	S	467	1,7	1,21	0,14E-13	[Dam98]
	X	668	1,2	1,79	5E-15	[Dam98]
50	X	680	2	1,8	1E-13	[BSF ⁺ 96]
50	X	≈ 700	3-5	1,8	1E-14	[BSF ⁺ 96]

Tabelle B.3: Aktivierungs Energien aus der Literatur
(Alle Probenkonzentrationen in at.%Al).

= [Poz01], [Gol02b], [GPZG02], [PG03], [GPRM03]

B.4 Liste mit VR-Daten

Die folgenden Tabellen stellen einige Parameter zusammen, die durch die VR-Messungen gewonnen werden konnten. Die letzte Spalte stellt die reine Peakhöhe ($Q^{-1} - Q_b^{-1}$) dar.

B.4.1 S-Peak

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha. [°C]	Temp. [K]	Freq. [Hz]	AE [eV]	τ_0 [s]	Höhe [10 ⁻⁴]
Fe-00Al	dec	S_{Fe}	q720	380	492	0,83	3,54E-15	23
Fe-00Al	dec	S_{Fe}	q720	380	492	0,85	1,94E-15	23
		S_{Fe}		376	523	0,84	1,97E-15	21
Fe-00Al	n513	S_{Fe}	q750	389	541	0,87	1,90E-15	27,3
		S_{Fe}	q720	375	516	0,84	1,97E-15	22,7
		S_{Fe}		381	491	0,85	1,94E-15	24,6
		S_{Fe}	q830	392	517	0,87	1,89E-15	18
Fe-03Al	n542	S_{Fe}	q900	389	527	0,87	1,90E-15	48,9
		S_{Fe-Al}		433	522	0,97	1,71E-15	31,4
	n543	S_{Fe}	q900	386	515	0,86	1,91E-15	45,6
		S_{Fe-Al}		423	511	0,95	1,75E-15	29
Fe-08Al	n114	S_{Fe}	q1000	375	422	0,84	1,97E-15	56
		S_{Fe-Al}		435	415	0,98	1,70E-15	99
		S_{Fe}	q900	377	526	0,84	1,96E-15	50
		S_{Fe-Al}		437	517	0,98	1,69E-15	91
		S_{Fe}	f900	377	523	0,84	1,96E-15	19
		S_{Fe-Al}		439	515	0,98	1,68E-15	37
		S_{Fe}	f900	381	406	0,86	1,94E-15	18
		S_{Fe-Al}		439	402	0,99	1,69E-15	34
Fe-09Al	n72	S_{Fe}	q900	367	224	0,84	2,02E-15	67
		S_{Fe-Al}		427	220	0,99	1,74E-15	124
		S_{Fe}	q900	383	542	0,85	1,93E-15	38
		S_{Fe-Al}		452	532	1,01	1,64E-15	84
		S_{Fe}	f900	375	524	0,83	1,97E-15	41
		S_{Fe-Al}		473	513	1,06	1,56E-15	67
Fe-10Al	n710	S_{Fe}	q900	380	507	0,85	1,94E-15	21
		S_{Fe-Al}		442	519	0,99	1,67E-15	45
		S_{Fe}	f900	383	522	0,85	1,93E-15	3
		S_{Fe-Al}		451	517	1,01	1,64E-15	7
Fe-11Al	n115	S_{Fe}	q900	385	541	0,86	1,92E-15	12
		S_{Fe-Al}		485	528	1,09	1,52E-15	50
		S_{Fe}	q900	384	540	0,85	1,92E-15	20
		S_{Fe-Al}		481	527	1,08	1,54E-15	62
Fe-17Al	n116	S_{Fe-Al}	q1000	488	165	1,15	1,52E-15	125
		S_{Fe-Al}	q1000	485	294	1,11	1,53E-15	123
		S_{Fe-Al}	q1000	505	275	1,17	1,47E-15	151

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha.	Temp.	Freq.	AE	τ_0	Höhe
Fe-21Al		S_{Fe-Al}	q950	494	214	1,15	1,50E-15	131
		S_{Fe-Al}	q900	487	158	1,15	1,52E-15	106
		S_{Fe-Al}	q900	487	517	1,1	1,52E-15	57
		S_{Fe-Al}	q900	476	245	1,1	1,56E-15	84
		S_{Fe-Al}	q850	485	165	1,14	1,53E-15	87
		S_{Fe-Al}	q800	504	220	1,17	1,47E-15	40
		S_{Fe-Al}	q720	509	453	1,15	1,45E-15	16
		S_{Fe-Al}	f900	491	517	1,1	1,51E-15	19
		S_{Fe-Al}	q1000	488	161	1,15	1,52E-15	110
		S_{Fe-Al}	q900	486	159	1,14	1,53E-15	102
		S_{Fe-Al}	q850	484	164	1,14	1,53E-15	83
		S_{Fe-Al}	q800	484	160	1,14	1,53E-15	55
		S_{Fe-Al}	q750	477	157	1,12	1,56E-15	33
	Fe-24,25Al		S_{Fe-Al}	q820	486	331	1,11	1,52E-15
Fe-25Al	n318	S_{Fe-Al}	q1000	485	256	1,12	1,53E-15	88
		S_{Fe-Al}	q1000	476	171	1,12	1,56E-15	72
		S_{Fe-Al}	q1000	509	589	1,14	1,45E-15	58
		S_{Fe-Al}		481	212	1,12	1,54E-15	84
		S_{Fe-Al}		493	264	1,14	1,50E-15	74
		S_{Fe-Al}	q900	507	493	1,14	1,46E-15	27
		S_{Fe-Al}	f1000	463	138	1,09	1,60E-15	15
Fe-26Al		S_{Fe-Al}	q830	508	265	1,17	1,46E-15	39
Fe-26Al	n482	S_{Fe-Al}	q1000	488	216	1,13	1,52E-15	86
		S_{Fe-Al}		517	1303	1,12	1,43E-15	81
Fe-27Al	str27	S_{Fe-Al}	q700	510	567	1,15	1,45E-15	13
		S_{Fe-Al}	q950	513	597	1,15	1,44E-15	94
		S_{Fe-Al}	q1000	493	562	1,11	1,50E-15	73
		S_{Fe-Al}	q1050	516	653	1,15	1,43E-15	60
Fe-31Al	n514	S_{Fe-Al}	q1050	531	438	1,21	1,39E-15	7
		S_{Fe-Al}	q1000	566	2043	1,21	1,30E-15	19
		S_{Fe-Al}	q1000	497	471	1,12	1,49E-15	50
		S_{Fe-Al}	q900	533	419	1,21	1,39E-15	16
		S_{Fe-Al}	f900	512	392	1,17	1,45E-15	13
		S_{Fe-Al}		537	2112	1,15	1,37E-15	16
	n515	S_{Fe-Al}	q1050	521	266	1,2	1,42E-15	15
		S_{Fe-Al}	q1000	512	183	1,2	1,45E-15	25
		S_{Fe-Al}		563	1568	1,22	1,31E-15	32
		S_{Fe-Al}	q900	523	278	1,21	1,42E-15	26
		S_{Fe-Al}		554	1435	1,2	1,33E-15	24
		S_{Fe-Al}	f900	483	181	1,13	1,54E-15	11
	n516	S_{Fe-Al}	q1050	520	259	1,2	1,42E-15	34
		S_{Fe-Al}	q1000	521	277	1,2	1,42E-15	62
		S_{Fe-Al}		566	2187	1,21	1,30E-15	-
		S_{Fe-Al}	q900	541	532	1,22	1,37E-15	68
		S_{Fe-Al}	f900	506	323	1,16	1,46E-15	12
Fe-40Al		S_{Fe-Al}	q1100	533	328	1,22	1,39E-15	51
		S_{Fe-Al}	q830	575	357	1,32	1,29E-15	13

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha.	Temp.	Freq.	AE	τ_0	Höhe
Fe-44Al	n536	S_{Fe-Al}	q1000	558	474	1,27	1,33E-15	5
		S_{Fe-Al}	q1000	559	473	1,27	1,32E-15	6
	n537	S_{Fe-Al}	q1000	575	510	1,3	1,29E-15	8
		S_{Fe-Al}	q1000	567	489	1,29	1,30E-15	25
Fe-50Al	n509	S_{Fe-Al}	q1000	561	391	1,28	1,32E-15	2
		S_{Fe-Al}	q1000	550	493	1,25	1,35E-15	15
		S_{Fe-Al}	q1000	563	462	1,28	1,31E-15	-

Tabelle B.4: AE S-Peak

B.4.2 X-Peak

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha. [°C]	Temp. [K]	Freq. [Hz]	AE [eV]	τ_0 [s]	Höhe [10 ⁻⁴]
Fe-25Al	n318	X	q1000	688	207	1,69	3,25E-16	6
Fe-26Al	n482	X	q1000	676	211	1,66	3,31E-16	5
		X		709	1293	1,64	3,14E-16	5
Fe-27Al	str27	X	q1000	672	546	1,74	4,11E-16	7
Fe-31Al	n514	X	q1050	704	425	1,69	3,17E-16	2
		X	q1000	716	363	1,73	3,12E-16	12
		X		691	460	1,65	3,23E-16	3
		X	q900	693	405	1,67	3,22E-16	7
		X		693	381	1,67	3,22E-16	5
		X	q1050	695	266	1,7	3,21E-16	5
	n515	X	q1000	665	255	1,62	3,36E-16	11
		X		698	305	1,6958	3,20E-16	8
		X	q900	668	269	1,63	3,34E-16	8
		X	q1000	710	266	1,73	3,15E-16	9
		X		731	2117	1,66	3,04E-16	2
		X		697	460	1,6686	3,20E-16	12
		X	q900	722	514	1,72	3,09E-16	5
		X	f900	690	314	1,67	3,24E-16	3
Fe-40Al		X	q1100	693	318	1,68	3,22E-16	7
		X	q830	717	344	1,74	3,11E-16	10
Fe-44Al	n536	X	q1000	729	451	1,75	3,06E-16	4
		X	q1000	734	450	1,76	3,04E-16	5
	n537	X	q1000	725	467	1,74	3,08E-16	21
Fe-50Al	n509	X	q1000	727	476	1,74	3,07E-16	13
		X	q1000	720	443	1,73	3,10E-16	-

Tabelle B.5: AE X-Peak

B.4.3 Z-Peak

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha. [°C]	Temp. [K]	Freq. [Hz]	AE [eV]	τ_0 [s]
Fe-25Al	n318	Z	q1000	893	203	2,41	2,27E-17
Fe-26Al	n482	Z	q1000	895	206	2,41	2,27E-17
		Z	f600	883	263	2,36	2,3E-17

Tabelle B.6: AE Z-Peak

B.4.4 D-Peak

Bei den zusammengefassten D-Peaks wurde von nur einem Peak ausgegangen, er wurde nicht in seine einzelnen Bestandteile (D_1, \dots, D_5) zerlegt.

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha. [°C]	Temp. [K]	Freq. [Hz]	AE [eV]	τ_0 [s]	Höhe [10^{-4}]
F-00Al	dec	D	q720	215	504	0,46	6,25E-15	1,5
		D	q720	211	535	0,45	6,36E-15	1,8
	n513	D	q750	239	553	0,51	5,62E-15	4,2
		D	q720	220	528	0,47	6,10E-15	0,5
		D	q720	210	504	0,45	6,39E-15	1,2
Fe-08Al	n114	D	q900	202	539	0,43	6,64E-15	5,6
		D	f900	217	534	0,46	6,19E-15	2,1
		D	f900	224	415	0,48	6,00E-15	1,5
Fe-09Al	n72	D	q900	211	550	0,45	6,36E-15	3
		D	f900	223	533	0,47	6,02E-15	7
Fe-10Al	n710	D	q900	219	507	0,47	6,13E-15	0,5
Fe-11Al	n115	D	q900	215	550	0,46	6,24E-15	12
		D	q900	216	551	0,46	6,21E-15	14
Fe-17Al	n116	D	q900	218	256	0,48	6,17E-15	2,4
		D	f900	231	535	0,49	5,81E-15	5,2
Fe-25Al	n318	D	q1000	213	625	0,45	6,30E-15	2,5
		D	q1000	237	225	0,52	5,68E-15	8
		D	q1000	223	277	0,49	6,03E-15	4,3
		D	q1000	220	180	0,49	6,12E-15	2,8
		D	q900	225	520	0,48	5,97E-15	0,9
Fe-26Al	n482	D	f1000	221	145	0,49	6,10E-15	9
		D	q1000	201	235	0,44	6,69E-15	1,8
		D		294	229	0,65	4,58E-15	1,4
		D	q1000	206	1436	0,42	6,50E-15	2,1
		D		299	1398	0,62	4,48E-15	1,9
Fe-31Al	n514	D	q1050	249	465	0,54	5,40E-15	2
		D	q900	213	418	0,46	6,31E-15	2
		D	f900	215	2263	0,43	6,22E-15	3

Probe	Nr.	Peak	Vorbeha.	Temp.	Freq.	AE	τ_0	Höhe
Fe-31Al	n515	D	q900	197	303	0,43	6,82E-15	1,5
		D		245	299	0,54	5,49E-15	1,5
		D		204	1564	0,41	6,56E-15	3
		D		260	1542	0,53	5,15E-15	4
Fe-31Al	n516	D	q900	225	2779	0,45	5,94E-15	0,5
		D	f900	200	345	0,43	6,72E-15	1
		D		242	342	0,53	5,56E-15	0,5
Fe-40Al		D	q1000	237	346	0,51	5,67E-15	0,5
		D	q1100	348	353	0,77	3,87E-15	1
Fe-44Al	n536	D	q1000	196	524	0,42	6,85E-15	2
		D		251	517	0,54	5,35E-15	2,5
		D		200	525	0,42	6,71E-15	1,5
		D		253	520	0,54	5,31E-15	2
Fe-50Al	n509	D	q1000	212	427	0,45	6,34E-15	4
		D		260	422	0,56	5,17E-15	5,5

Tabelle B.7: AE D-Peak

B.5 TEM Aufnahmen

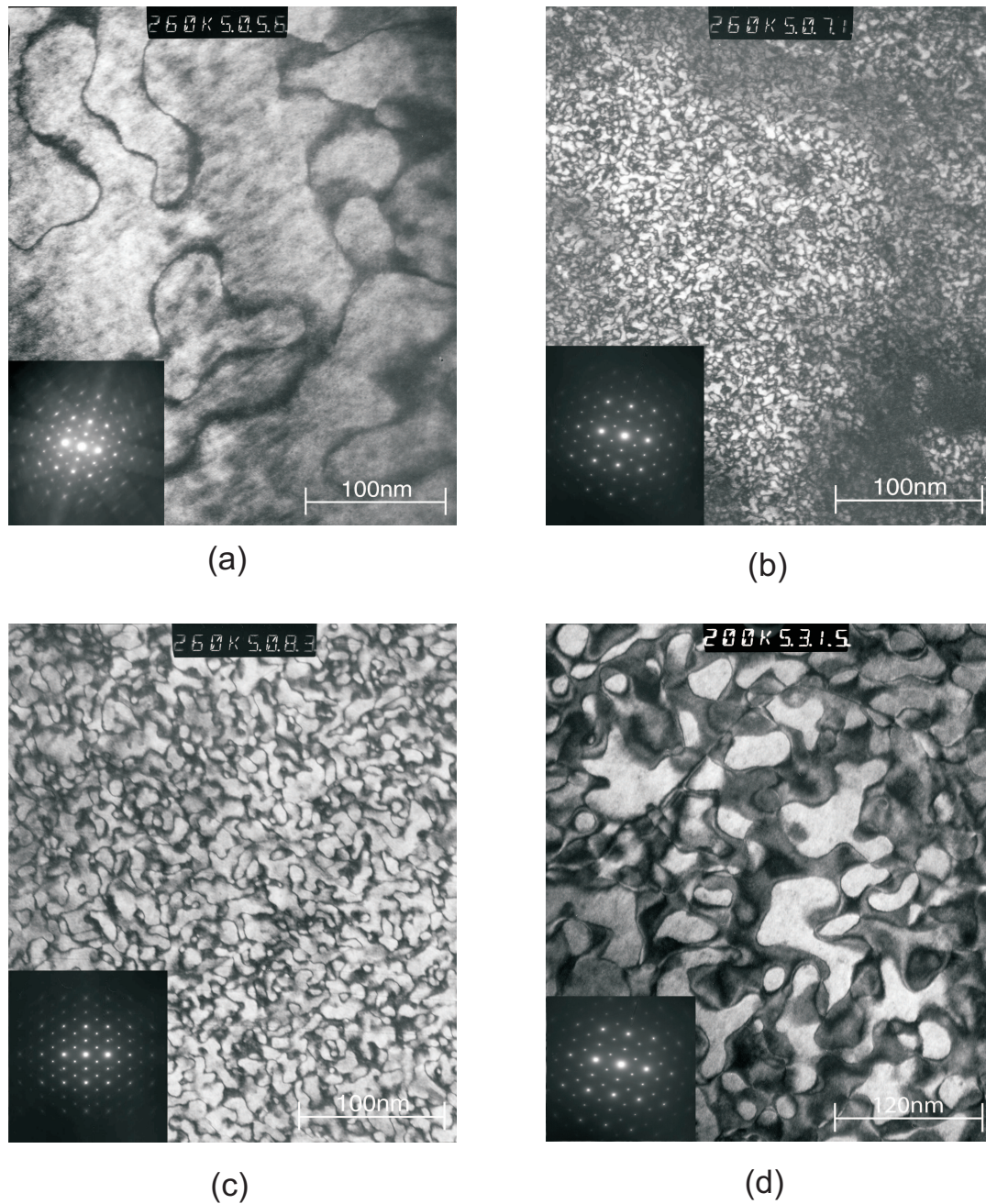


ABB. B.1: TEM Aufnahmen an Fe-26Al [GNS06].

- (a) q1000: B2 Antiphasen-Grenzen und sehr kleine Domänen mit $D0_3$ -Struktur $[110](200)$
- (b) + 8 h bei 200 °C: $D0_3$ -Domänen sind gut erkennbar $[110](200)$
- (c) + 100 h bei 300 °C: $D0_3$ -Domänen $[110](111)$
- (d) + 72 h bei 400 °C: $D0_3$ -Domänen $[110](111)$

Abbildungsverzeichnis

1.1	Verwendungsmöglichkeiten von FeAl	10
2.1	Energieaustausch in einem Festkörper	13
2.2	Mechanische Eigenschaften von Werkstoffen	14
2.3	Frage und Antwort eines Materials	16
2.4	$\sigma(\varepsilon)$ -Diagramm	17
2.5	Verlauf von Spannung und Dehnung	19
2.6	Normierter Debye-Peak.	21
2.7	Doppelmuldenpotenzial	23
2.8	Interstitiell gelöstes Fremdatom	24
2.9	Atomares Modell für die Snoek-Relaxation	25
2.10	Atomares Modell für ein LFK-Komplex	27
2.11	Zener-Effekt	28
2.12	Verlauf einer Versetzungslinie	29
2.13	Dragging-Mechanismus	32
2.14	Losreiß-Mechanismus	33
2.15	Depinning-Pinning-Mechanismus.	33
2.16	Snoek-Köster-Peak	35
2.17	Gorsky-Effekt	38
3.1	Struktur und Elektronenbeugungsbild der Legierung Fe-Al	44
3.2	Evaluiertes Fe-Al Phasendiagramm	45
3.3	DSC, magnetische Messungen und Resonanzfrequenz . .	48
3.4	Fe-26Al Spektrum einer VR-Messung	50
3.5	Unterschiedliche Resonanzfrequenzen	55
3.6	Fe-25Al mit Unterschiedlichen Kohlenstoffkonzentrationen	56
3.7	Fe-31Al mit Unterschiedlichen Kohlenstoffkonzentrationen	57
3.8	Peakhöhe beim Snoek-Peak	57
3.9	Carbid-bildende beim Snoek-Peak	59

3.10	Unterschiedliche q Temp. an Fe-21Al	60
3.11	Unterschiedliche q Temp. an Fe-27Al	60
3.12	S-Peakhöhe	61
3.13	Idealisierte Abkühlgeschwindigkeiten	62
3.14	Abkühlung bei nach Thermobehandlungen	62
3.15	Isotherme Messung Übersicht an Fe und Fe-26Al	64
3.16	Isotherme Messung an Fe und Fe-26Al	64
3.17	AE für langreichweitige Effekte	65
3.18	Wert Plot an Fe und Fe-26Al	65
3.19	Gegenüberstellung Fe, Fe-10Al, Fe-25Al und Fe-50Al	68
3.20	Normierte Messungen Fe bis Fe-50Al	69
3.21	Fit der S-Peaks von Fe bis Fe-31Al	70
3.22	S-Peak: Temperatur und Höhe in Abhängigkeit von c_{Al}	71
3.23	7 Schalen	73
3.24	Wahrscheinlichkeit für 1. Schale	74
3.25	Wahrscheinlichkeit für 2. Schale	74
3.26	Wahrscheinlichkeit für 3. Schale	75
3.27	Wahrscheinlichkeit für 4. Schale	76
3.28	Wahrscheinlichkeit für 5. Schale	77
3.29	Wahrscheinlichkeit für 6. Schale	78
3.30	Gegenüberstellung Peakhöhe S_{Fe} und Wahrscheinlichkeit	79
3.31	Verschiedene geordnete Strukturen	81
3.32	Max. Abstände von Al zu C	82
3.33	AE und β	83
3.34	α Fe bis Fe-18,9Al normierter S-Peak (Vergleich Lit.)	84
3.35	Temperatur und Höhe (Vergleich Lit.)	85
3.36	AE und β (Vergleich Lit.)	86
3.37	Energiebarriere des S-Peaks	88
3.38	Vergleich AE Simulation und Messung	90
3.39	Vergleich von Röntgenmessungen an Fe-30Al	93
3.40	Variation Frequenz	96
3.41	Variation des C-Anteils beim X-Peak	97
3.42	Thermobehandlungen	98
3.43	X-Peakhöhe	98
3.44	Variation des Al-Anteils beim X-Peak	99
3.45	Vergleich S- und X-Peakhöhe	101
3.46	Vergleich X-Peak simuliert und gemessen Daten	103

3.47	Abhängigkeit des Z-Peaks von der Frequenz	106
3.48	Z-Peak Frequenzabhängigkeit	107
3.49	Z-Peak Frequenzabhängigkeit	108
3.50	Abhängigkeit des Z-Peaks von der Thermobehandlung .	109
3.51	Erscheinungsformen des D-Peaks	111
3.52	D-Peak Frequenzabhängigkeit	113
3.53	D-Peak: unterschiedliche Abschreckbehandlungen	113
3.54	D-Peak: unterschiedliche Temperbehandlungen	114
3.55	Abhängigkeit der Dämpfung von der Verformung	115
3.56	HPT - Methode und Einspannung	116
3.57	D-Peak hohe Verformung (HPT)	117
3.58	Vergleich HTP und Verformung und Bestrahlung	118
3.59	Vergleich HTP und abgeschreckte oder verformte D-Peak	119
3.60	D-Peak Kohlenstoffabhängigkeit	121
3.61	D-Peak Amplitudenabhängigkeit	121
3.62	Abhängigkeit der Dämpfung von der Amplitude	122
3.63	Übersicht AE bei Fe-Al Legierungen	126
3.64	Fe-3X, X=Al, Si, Cr, Co	129
3.65	Eisen-Aluminium-Chrom	130
3.66	Eisen-Aluminium-Silizium	131
3.67	D-Peak in binären Fe-Legierungen	132
3.68	D-Peak in ternären Fe-Legierungen	133
A.1	(a) Vakuumrezipient; (b) Stereomikroskop [Nag02]. . . .	142
A.2	Anlage zur Messung dünner Schichten [Str02].	144
A.3	(a) Probe; (b) Probe, Probenhalterung und Ofen [Nag02].	145
A.4	(a) Probe, Probenhalterung und Ofen; (b) Halter [Str02].	146
A.5	Schaltbild des elektronischen Aufbaus der VR-1 [Str02]. .	148
A.6	Schaltbild des elektrischen Aufbaus der VR-2 [Str02]. . .	149
B.1	TEM Aufnahmen	164

Tabellenverzeichnis

3.1	Positronen-Lebensdauer	53
3.2	Vergleich AE und Wert-Ergebnisse.	66
3.3	Abstände und Atomanzahl um ein C-Atom.	72
3.4	Simulierte spannungsinduzierte Paarwechselwirkung . . .	90
3.5	AE des Z-Peaks	106
3.6	AE des D-Peaks	120
B.1	Liste der verwendeten Proben	154
B.2	Alle Wert-Ergebnisse.	155
B.3	AE Literatur	158
B.4	AE S-Peak	161
B.5	AE X-Peak	161
B.6	AE Z-Peak	162
B.7	AE D-Peak	163

Literaturverzeichnis

- [Bal04] R.G. Baligidad. Effect of niobium on microstructure and mechanical properties of high carbon Fe-10.5wt.%Al alloys. *Mat. Sci. Eng.*, A368:p. 131–138, 2004. Paper.
- [Ben01a] W. Benoit. Dislocation: description and dynamics. *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368:p. 178–246, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Ben01b] W. Benoit. Grain boundaries. *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368:p. 291–340, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Ber78] B.S. Berry. *Elastic and Anelastic Behavior. In J.J. Gilman and H.J. Leamy (Hrsg.), Metallic Glasses, chapt. 7.* American Society for Metals, Metals Park, Ohio, p. 161-189, 1978. Tagungsband.
- [BF92] M.S. Blanter and M.Y. Fradkov. Solute interaction and internal friction spectra in solid solutions. *Acta. Metall. Mater.*, 40:p. 2201–2208, 1992. Paper.
- [BGBG00] M.S. Blanter, I.S. Golovin, R. De Batist, and S.A. Golovin. Effect of Plastic Deformation on the Carbon Internal Friction Peak in Austenitic Steels. *Phys. Stat. Sol.*, A 178:p. 621–632, 2000. Paper.
- [BGS05] M.S. Blanter, I.S. Golovin, and H.-R. Sinning. The mechanism of the anelastic X relaxation in the intermetallic compound Fe₃Al. *Script. Mater.*, 52:p. 57–62, 2005. Paper.
- [BGS06] M.S. Blanter, I.S. Golovin, and H.-R. Sinning. Simulation of the X relaxation in Fe-Al-Me (Me = Co, Cr, Mn, Si) alloys. *eingereicht und akzeptiert bei Mat. Sci. Eng. A*, ICIFMS-14, 2006. Paper.
- [BHRA04] M. Boufenghour, D. Hamana, N.Ya. Rokhmanov, and V.M. Andronov. A new tetragonal phase identification in Fe-31.5 at.% Al alloy, using internal friction and X-ray diffraction. *Revue de Métallurgie*, 9:p. 663–669, 2004. Paper (französisch).
- [BJ32a] A.J. Bradley and A.H. Jay. *Proc. Roy. Soc.*, A136:p. 210–231, 1932. Paper in; Handbook of Lattice Spacing, Ed. W.B. Pearson (Oxford: Pergamon) 1958, p. 343-345.
- [BJ32b] A.J. Bradley and A.H. Jay. *J. Iron Steel Inst.*, 125:p. 339–418, 1932. Paper.
- [BK78] A.G. Blanter and A.G. Khachaturyan. Stress induced interaction of pairs of point defects in BCC solution. *Met. Trans.*, 9A:p. 753–762, 1978.

- [BKS00] H.J. Blythe, H. Kronmüller, and A. Seeger. A Review of the Magnetic Relaxation and its Application to the Study of Atomic Defects in α -Iron and its diluted Alloys. *Phys. Status. Sol.*, A 181:p. 233–345, 2000. Paper.
- [Bla94] M.S. Blanter. Hydrogen internal-friction peak and interaction of dissolved interstitial atoms in Nb and Ta. *Phys. Rev. B*, 50:p. 3603–3608, 1994. Paper.
- [BM03] M.S. Blanter and L.B. Magalas. Strain-induced interaction of dissolved atoms and mechanical relaxation in solid solutions : a review. *Sol. Stat. Phenom.*, 89:p. 115–139, 2003. Paper.
- [Bor49] P.G. Bordonì. Teoria della Dissipazione Elastica nei Monocristalli Secondo la Meccanica Quantistica: un Nuovo Effetto di Rilassamento. *Ric. Sic*, 19:p. 851–862, 1949. Paper.
- [Bot85] K. Bothe. *Untersuchung der Strukturrelaxation metallischer Gläser mit Hilfe von Elastizitätsmodul und Dämpfung*. TU Braunschweig, 1985. Dissertation.
- [Böw92] M. Böwe. *Untersuchung zur Strukturrelaxation amorpher Metalle anhand von Elastizitätsmodul und Dämpfung*. TU Braunschweig, 1992. Diplomarbeit.
- [Bri04] A. Brink. *Plastizität der geordneten intermetallischen Verbindung Fe₃Al im Temperaturbereich von 250 K bis 450 K*. TU Braunschweig, 2004. Dissertation.
- [BS96] M. Becker and W. Schweika. B32 Order in Iron rich Fe-Al Alloys. *Scripta Mater.*, 35:p. 1259, 1996. Paper.
- [BSF⁺96] E. Bonetti, G. Scipione, R. Frattini, S. Enzo, and L. Schifini. Structural and elastic behavior of Fe₅₀Al₅₀ nanocrystalline alloys. *J. Appl. Phys.*, 79 n.10:p. 7537–7544, 1996. Paper.
- [BWFH99] A. Broska, J. Wolff, M. Franz, and Th. Hehenkamp. Defect analysis in FeAl and FeSi with positron lifetime spectroscopy and Doppler broadening. *Intermetallics*, 7:p. 249–267, 1999. Paper.
- [CL54] A.D. Le Claire and W.M. Lomer. Relaxation Effects in solid solutions arising from changes in local order. II. Theory of the Relaxation Strength. *Acta. Met.*, 2:p. 731–742, 1954. Paper.
- [Cor93] F.J. Cordero. Anelastic (dielectric) relaxation of point defects at any concentration, with blocking effects and formation of complexes. *Phys. Rev. B*, 47:p. 7674–7685, 1993. Paper.
- [Dam98] B. Damson. *Innere Reibung in FeAl mit B2-Struktur*. Uni Stuttgart, 1998. Dissertation.
- [Dol99] M. Doll. *Apparatur zur kombinierten Dilatometrie und Vibrating-Reed-Messung an massiven Proben*. TU Braunschweig, 1999. Diplomarbeit.
- [Egg04] M. Eggers. *Vibrating-Reed-Messung zur Untersuchung struktureller Relaxation in metallischen Massivgläsern und amorphen Bändern*. TU Braunschweig, 2004. Diplomarbeit.

- [EM00] M. Eggersmann and H. Mehrer. Diffusion in intermetallic phases of the FeAl System. *Philos Mag A*, 80(5):p. 1219–1244, 2000. Paper.
- [Fan97] Q.F. Fang. Theoretical treatment of the nonlinear anelastic internal friction peaks appearing in cold-worked Al-based solid solutions. *Phys. Rev. B*, 56, 1997. Paper.
- [Fan01] G. Fantozzi. Phenomenology and definitions. *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368:p. 3–30, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Feu55] A.M. Feudenthal. Inelastisches Verhalten von Werkstoffen. *Verlag Technik, Berlin*, 1955. Fachbuch.
- [Fis62] D.B. Fischbach. The Zener relaxation and a new magnetic relaxation effect in Fe-rich Fe-Al Alloys. *Acta Met.*, 10:p. 319, 1962. Paper.
- [FK96] Q.F. Fang and T.S. Ke. Theory of Nonlinear Anelastic Internal Friction Peaks II. *Phys. Stat. Sol. A*, 158:p. 405–417, 1996. Paper.
- [GBM01] I.S. Golovin, M.S. Blanter, and L.B. Magalas. Interactions of Dissolved Atoms and Carbon Diffusion in Fe-Cr and Fe-Al Alloys. *Defect. Diffus. Forum*, 73-8:p. 194–199, 2001. Paper.
- [GBP⁺98] I.S. Golovin, M.S. Blanter, T.V. Pozdova, K. Tanaka, and L.B. Magalas. Effect of Substitutional Ordering on the Carbon Snoek Relaxation in Fe-Al-C Alloys. *Phys. Stat. Sol.*, 168:p. 403–415, 1998. Paper.
- [GBS97] I.S. Golovin, M.S. Blanter, and R. Schaller. Snoek relaxation in Fe-Cr alloys and interstitial-substitutional interaction. *Phys. Stat. Sol. A*, 160:p. 49–60, 1997. Paper.
- [GDC⁺05] I.S. Golovin, S.V. Divinski, J. Cizek, I. Prochazka, and F. Stein. Study of atom diffusivity and related relaxation phenomena in Fe₃Al-(Ti,Nb)-C alloys. *Acta Met.*, 53:p. 2581–2594, 2005. Paper.
- [GGG⁺05] I.S. Golovin, S.B. Golovina, C. Grusewski, H-R. Sinning, A. Strahl, and H. Neuhäuser. Anelastic relaxation of interstitial solid solution in C-Fe-Al decomposition. *Physics 69 - Reports of Russia Academy of Science (RAS)*, 8:p. 1175–1182, 2005. Paper (russisch).
- [GNRS04] I.S. Golovin, H. Neuhäuser, A. Rivière, and A. Strahl. Anelasticity of Fe-Al alloys. *Intermet.*, 12:p. 125–150, 2004. Paper.
- [GNS06] I.S. Golovin, H. Neuhäuser, and A. Strahl. Anelastic relaxation and structure of ternary Fe-Al-Me alloys with Me=Co,Cr,Ge,Mn,Si,Ta,Ti,Zr. *Z. Metallkd.* 97, pages p. 1078–1092, 2006. Paper (eingereicht und akzeptiert).
- [Gol97] I.S. Golovin. *Fiz. Met. Metalloved*, 6:p. 137–148, 1997. Paper (russisch).
- [Gol00] I.S. Golovin. Interstitial distribution in Fe-Al and Fe-Cr quenched and aged alloys: Computer simulation and internal friction study. *Alloys and Compounds*, 310:p. 356–362, 2000. Paper.

- [Gol02a] I.S. Golovin. Application of IF for studying Fe-Al alloys. *Reports of Tula State University, Materials Science, Tula*, no. 2:p. 86–94, 2002. Paper (russisch).
- [Gol02b] I.S. Golovin. Über die Frage der Natur des Relaxationspeaks hervorgerufen durch spannungsinduzierte Diffusion von Punktdefekten im System Fe-Al. *Proceedings of International Conference on „Imperfections Interaction and Anelasticity Phenomena in Solids“*, Tula 13-15.11.2001, 3:p. 47–54, 2002. Paper (russisch).
- [Gor35] W.S. Gorsky. Theorie der elastischen Nachwirkung in ungeordneten Mischkristallen. *Phys. Z. der Sowjetunion*, 8:p. 457, 1935. Paper.
- [GPG98] I.S. Golovin, T.V. Pozdova, and S.A. Golovin. *Mat. Sci. and Heat Treatment of Metals*, 4:p. 3–9, 1998. Paper (russisch).
- [GPG⁺06] I.S. Golovin, T.S. Pavlova, Ch. Grusewski, Y. Ivanisenko, and D.V. Gunderov. Mechanical spectroscopy of high pressure torsion deformed Fe-based alloys and Ti. *Mat. Sci. Forum*, 503-504:p. 745–750, 2006. Paper.
- [GPRM03] I.S. Golovin, T.V. Pozdova, N.Ya. Rokhmanov, and D. Mukherji. Relaxation mechanisms in Fe-Al-C alloys. *Met. and Mat. Trans. A.*, 34:p. 255–266, 2003. Paper.
- [GPZG02] I.S. Golovin, T.V. Pozdova, R.V. Zharkov, and S.A. Golovin. Relaxation Processes in Fe - Al Alloys. *Met. Sci. and Heat Treatment of Metals*, 44 5-6:p. 237–242, 2002. Paper.
- [GR06a] I.S. Golovin and A. Rivière. Mechanical spectroscopy of the Zener relaxation in Fe-22Al and Fe-26Al alloys. *Intermetallics*, 14:p. 570–577, 2006. Paper.
- [GR06b] I.S. Golovin and A. Rivière. Zener relaxation in ordered-disordered Fe-(21-28%)Al alloys. *eingereicht und akzeptiert bei Mat. Sci. Eng. A*, ICIFMS-14, 2006. Paper im Druck.
- [Gre01] G. Gremaud. Dislocation - point defect interactions. *Mechanical Spectroscopy Q⁻¹ 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368:p. 178–246, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Ham58] F.S. Ham. Theory of diffusion-limited precipitation. *Phys. Chem. Solids*, 6:p. 335–351, 1958. Paper; ebenfalls in: *J. Appl. Phys.* 30 (1959) 915.
- [Har99] U. Harms. *Optimierung der mechanischen Spektroskopie zur Untersuchung dünner Schichten*. TU Braunschweig, 1999. Dissertation.
- [Hau93] G. Hauptmann. Universität Stuttgart, 1993. Dissertation.
- [HGMF77] V. Hivert, P. Groh, P. Moser, and W. Frank. Internal Friction Peaks Due to Dislocation Relaxations in Plastically Deformed and/or Irradiated High-Purity α -Iron - I. Experiments. *Phys. Stat. Sol (a)*, 42:p. 511–518, 1977. Paper.
- [HGMF78] V. Hivert, P. Groh, P. Moser, and W. Frank. Internal Friction Peaks Due to Dislocation Relaxations in Plastically Deformed and/or Irradiated High-Purity α -Iron - II. Interpretation. *Phys. Stat. Sol (a)*, 46:p. 89–97, 1978. Paper.

- [HI66] H. Hotta and Y. Iwana. *J. of Metals*, 30:p. 406–411, 1966. Paper (japanisch) - zitiert in: M³, Mechanics and Mechanisms of Material Damping, ASTM STP 1304 Eds. A. Wolfenden and V. Kinra, ASTM, Philadelphia, 1997, p.383-393.
- [HKN99] U. Harms, L. Kempen, and H. Neuhäuser. Vibrating reed apparatus with optical detection and digital signal processing. Application to measurements on thin films. *Rev. Sci. Instr.*, 70:p. 1751 – 1755, 1999. Paper.
- [HMS97] E. Hering, R. Martin, and M. Stohrer. *Physik für Ingenieure*. Springer, 1997. Lehrbuch.
- [Hop86] H. Hoppe. *Messung von Elastizitätsmodul und Dämpfung zur Bestimmung der Strukturrelaxation metallischer Gläser*. TU Braunschweig, 1986. Diplomarbeit.
- [HOS97] W. Hermann, T. Ort, and H.G. Sockel. Elasticity and Internal Friction of Fe₇₀Al₃₀-single crystals. *Proc.2. Int. Symp. Structural Intermetallics*, 21-25:p. 759–768, 1997. Champino PA, TMS Warrendale (Eds. M.V. Nathal, R. Dariola.) Paper.
- [Hre63] J.A. Hren. The effect of atomic order and ferromagnetism on the elastic and anelastic properties of Fe-25at.%Al. *Phy. Stat. Sol.*, 3:p. 1603–1618, 1963. Paper.
- [HSKK01] Th. Hehenkamp, P. Scholz, B. Köhler, and R. Kerl. Vacancy Formation and Diffusion in FeAl-Alloys. *Defect Diff. Forum*, 194-199:p. 389–394, 2001. Paper.
- [IBC87] H. Indrawirawan, O. Buck, and O.N. Carlson. Substitutional-interstitial solute interactions in niobium-vanadium-oxygen alloys. *Phy. Stat. Sol.*, 104:p. 443–451, 1987. Paper.
- [IGSF04] Y. Ivanisenko, I.S. Golovin, H.-R. Sinning, and H.J. Fecht. *Tempering Peculiarities of Fe-C Alloy by Severe Plastic Deformation*. In: Hazotte, Alain (Ed.) Solid State Transformation and Heat Treatment. Wiley-VCH, Weinheim, 2004. Buchauszug S.165-174.
- [JBH66] V.W. Jäniche, J. Braunen, and W. Heller. Einfluß des Aluminiums auf die Kohlenstoffdämpfung und die Kohlenstofflöslichkeit in α -Eisen. *Archiv für Eisenhüttenwesen*, 37,9:p. 719–728, 1966. Paper.
- [Jua01] J. San Juan. Mechanical spectroscopy. *Mechanical Spectroscopy Q⁻¹ 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368:p. 32–73, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Kab97] H. Kabus. *Magnetomechanische Effekte in amorphem und nanokristallinem Fe_{73,5}Cu₁Nb₃Si_{13,5}B₉*. TU Braunschweig, 1997. Diplomarbeit.
- [KB93] U.R. Kattner and B.P. Burton. *FeAl; Phase Diagrams of Binary Iron Alloys*. ASM International, 1993. Buchauszug s. 12-28.
- [Kem96] L. Kempen. *Entwicklung eines dynamischen Meßverfahrens zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften dünner Schichten*. TU Braunschweig, 1996. Dissertation.
- [KF96] T.S. Ke and Q.F. Fang. Theory of Nonlinear Anelastic Internal Friction Peaks I. *Phys. Stat. Sol. A*, 158:p. 57–65, 1996. Paper.

- [KG80] W. Köster and T. Gödecke. Physikalische Messungen an Eisen-Aluminium-Legierungen mit 10 bis 50 at-% al. *Z. Metallk.*, 71:p. 765–769, 1980. Paper.
- [Kha83] A.G. Khachaturyan. *Theory of Structural Transformation in Solids*. Wiley, New York, 1983. Buch.
- [Kin83] H.W. King. *Structure of the pure metals.*, volume 1, Kapitel 2, Seite 37-71. In R.W. Chan und P. Haasen (Hrsg.), 1983. Buch.
- [Klo99] F. Klose. *Innere Reibung und mechanische Spektroskopie in dünnen Schichten auf Siliziumsubstraten*. TU Braunschweig, 1999. Diplomarbeit.
- [Klo04] F. Klose. *Experimental and numerical studies on the Portevin-LeChatelier effect in Cu-Al and Al-Mg in strain and stress controlled tensile tests*. TU Braunschweig, 2004. Dissertation.
- [KMP81] N. P. Kulish, V.M. Mandrika, and P.V. Petrenko. *Fiz. Met. Metalloved*, 51, n.6:p. 1229–1237, 1981. Paper (russisch).
- [Koi71] M. Koiwa. Theory of the Snoek effect in ternary B.C.C. Alloys - I. General Theory. *Phil. Mag.*, 24:p. 81–106, 1971. Paper.
- [Koi74] M. Koiwa. Trapping effect in diffusion of interstitial impurity atoms in b.c.c. lattices. *Acta. Metall*, 22:p. 1259–1268, 1974. Paper.
- [Kub82] O. Kubaschewski. Iron - binary phase diagrams. *Springer-Verlag*, page p. 8, 1982. Buch.
- [LD74] E. Lenz and W. Dahl. *Arch. Eisenhüttenwesen*, 45:p. 541–544, 1974. Paper.
- [LE61] F. Lihl and H. Ebel. Röntgenographische Untersuchungen über den Aufbau der eisenreichen Legierung des Systems Eisen-Aluminium. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, 32:p. 483–487, 1961. Paper.
- [LL59] L.D. Landau and E.M. Lifshitz. *Course of Theoretical Physics Vol. 7*. Pergamon Press, 1959. Lehrbuch.
- [Lov96] D. Lovy. *WinDig 2.5 - free data digitizer*. lovy@scsun.unige.ch, 1996. Programm.
- [MF96] L. B. Magalas and G. Fantozzi. Mechanical spectroscopy of the carbon snoek relaxation in ultra -high purity iron. *J. de Physique IV*, 6, C8:p. 151, 1996. Paper.
- [Mie98] D. Mienert. *Magnetisierungsmessungen am Schwer-Fermionen-System $Ce(Ru_{1-x}Fe_x)_2Ge_2$* . TU Braunschweig, 1998. Diplomarbeit.
- [Mor70] P. Morgand. *Metall. Trans.*, 1:p. 2331, 1970. Paper.
- [Nag02] A. Nagy. *Mechanische Spektroskopie an Eisen-Aluminium und an Polymerschichten*. TU Braunschweig, 2002. Dissertation.
- [NB72] A.S. Nowick and B.S. Berry. *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*. Materials Science Series, Academic Press, New York and London, 1972. Fachbuch.

- [NHKN02] A. Nagy, U. Harms, F. Klose, and H. Neuhäuser. Mechanical spectroscopy of ordered ferromagnetic fcc intermetallic compounds. *Mater. Sci. Eng., A* 324:p. 68–72, 2002. Paper.
- [NK97] H. Numakura and M. Koiwa. The Snoek relaxation in dilute ternary bcc alloys. a review. *J. Physique*, 6 C8:p. 97–106, 1997. Paper.
- [NW60] D.H. Niblett and J. Wilks. Dislocation damping in metals. *Advan. Phys.*, 9:p. 1–88, 1960. Paper.
- [Obe88] M. Obert. *Untersuchung zum Einfluß der Strukturrelaxation und des Magnetfeldes auf den Elastizitätsmodul und die Dämpfung von metallischen Gläsern*. TU Braunschweig, 1988. Diplomarbeit.
- [Pav07] T.S. Pavlova. *Arbeitstitel: Untersuchung an Fe-Al-X Legierungen*. Tula State University, 2007. Doktorarbeit in Vorbereitung (russisch).
- [PG03] T.V. Pozdova and I.S. Golovin. International School on Mechanical Spectroscopy, Krakow-Krynica, 3.-8.12.2000. *published in: Solid State Phenomena*, 89/90:p. 279–286, 2003. Paper.
- [PI95] M. Palm and G. Inden. Experimental determination of the phase equilibria in the Fe-Al-C system. *Intermetallics*, 3:p. 443–454, 1995. Paper.
- [PJ96] W. Pascheto and G.P. Johari. Annealing and aging of interstitial C in α -Fe, as measured by Internal Friction. *Mat. and Met. Trans.*, 27A:p. 2461–2469, 1996. Paper.
- [Poz01] T.V. Pozdova. *Relaxation and hysteresis phenomena in ordering Fe-Al alloys*. Tula State University, 2001. Dissertation (russisch).
- [PPG02] T.S. Pavlova, T.V. Pozdova, and I.S. Golovin. New relaxation peak in Fe₂₅Al. *Reports of Tula State University, Materials Science, Tula*, no. 2:p. 95–96, 2002. Paper (russisch).
- [PS01] U. Prakash and G. Sauthoff. Machinable Iron Aluminides Containing Carbon. *Scripta Mater.*, 44:p. 73–78, 2001. Paper.
- [QG89] B. Quenet and G. Gremaud. Interaction mechanism between diffusing intrinsic point defects and moving dislocations. *Def. and Diff. For.*, 66-69:p. 895–900, 1989. Paper.
- [RF53] K.M. Rosin and B.N. Finkelshtain. 291, 811:p. 276–275, 1953. Paper (russisch).
- [RG02] N.Ya. Rokhmanov and I.S. Golovin. *Visnyk of Kharkov Nat. University n. 558 Fizika*, 6:p. 158–167, 2002. Paper (russisch).
- [RH01] N.Ya. Rokhmanov and D. Hamana. *Visnyk of Kharkov Nat. University n. 516 Fizika*, 5:p. 104–109, 2001. Paper (russisch).
- [Rie94] W. Riehemann. *Metallische Werkstoffe mit extremer innerer Reibung und deren Messung*. Clausthal, 1994. Habilitationsschrift.

- [Riv01] A. Rivière. High temperature damping. *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368:p. 276–275, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Rok00] N.Ya. Rokhmanov. Relaxation spectrum of ordering carbon-containing alloys Fe-(25-31)% Al. *Functional Materials*, 7:p. 235–239, 2000. Paper.
- [Rok01] N.Ya. Rokhmanov. *Condensed matter and interphase boundaries*, 3 n.3:p. 281–285, 2001. Paper (russisch).
- [RPF65] L. Rimlinger, A. Pianelli, and R. Faivre. *Cr. hebd. seance. Acad. Sci., Paris*, 260:p. 148, 1965. Paper.
- [RR67] I.G. Ritchie and R. Rawlings. *Acta. Mat.*, 15:p. 491, 1967. Paper.
- [RS96] N.Ya. Rokhmanov and A.F. Sirenko. *In: Relaxation phenomena in defect structures of solids; Abdel-Kader C.M., Izv. AN Russia, Frizika*, 50 n.10:p. 17–22, 1996. Paper (russisch).
- [SB96] A.P. Sutton and R.W. Balluffi. *Interfaces in Crystalline Materials*. Oxford Science Publications, 1996. Fachbuch.
- [SDM⁺97] H.E. Schaefer, B. Damson, M.Weller, E. Arzt, and E.P. George. Thermal Vacancies and High-Temperature Mechanical Properties of FeAl. *Phys. Stat. Sol (A)*, 160:p. 531–540, 1997. Paper.
- [SET94] SETARAM. *DSC 121 experiments*. SETARAM, 1994. Betriebsanleitung.
- [SFSF05] A. Schneider, L. Falat, G. Sauthoff, and G. Frommeyer. Microstructures and mechanical properties of Fe₃Al-based Fe-Al-C alloys. *Intermetallics*, 13 / 12:p. 1322–1331, 2005. Paper.
- [SG05] V. Semin and I.S. Golovin. *Piki Semi - Debye-curve fitting tool for Dos (1995) and Windos (2004)*. Tula State University - sv150365@rambler.ru, 2005. Programm.
- [SGGN04] A. Strahl, S.B. Golovina, I.S. Golovin, and H. Neuhäuser. On dislocation-related internal friction in Fe-22-31 at.% Al. *J. of All. and Comp.*, 378:p. 268–273, 2004. Paper.
- [Sin00] H.-R. Sinning. Mechanical Damping by Intercrystalline Diffusion of Hydrogen in Metallic Polycrystals. *Phys. Rev. Lett.*, 85:p. 3201–3204, 2000. Paper.
- [Sin04] H.-R. Sinning. *Mechanische Spektroskopie*. TU Braunschweig, 1998 / 2002 / 2004. Vorlesungsmitschrift.
- [SM05] M. Salamon and H. Mehrer. Interdiffusion, Kirkendall effect, and Al Self-diffusion in Iron-Aluminium Alloys. *Z. Metallkd.*, 96:p. 1–16, 2005. Paper.
- [SN61] D.P. Seraphim and A.S. Nowick. Magnitude of the Zener relaxation effect. *Acta Met.*, 9:p. 85–87, 1961. Paper.
- [Sno41] J.L. Snoek. Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron. *Physica VIII*, 7:p. 711–733, 1941. Paper.

- [Squ90] P.T. Squire. Phenomenological model for magnetization, magnetostriction and ΔE -effect in field annealed amorphous ribbons. *J. Magn. Magn. Mat.*, 87:p. 299–310, 1990. Paper.
- [SS60] J.C. Shyne and M.J. Sinnott. The stress-induced ordering internal friction of iron-rich alloys of iron and aluminium. *Trans Met. Soc. AIME*, 218:p. 861–865, 1960. Paper.
- [Str02] A. Strahl. *Untersuchungen an Fe-(18 bis 40 at.%) Al-Legierungen und an dünnen Schichten von Polyphenylenvinylem (PPV) mittels Mechanischer Spektroskopie*. TU Braunschweig, 2002. Diplomarbeit.
- [SWB92] H.-E. Schaefer, R. Würschum, and J. Bub. Thermal formation of vacancies in intermetallic compounds. *Mat. Sci. Forum*, 105-110:p. 439–450, 1992. Paper.
- [SYU04] H.S. Saitoh, N. Yoshinaga, and K. Ushioda. Influence of substitutional atoms in the Snoek peak of carbon in b.c.c. iron. *Acta. Mat.*, 52:p. 1255–1261, 2004. Paper.
- [Tan71] K.J. Tanaka. Internal Friction of Iron-Aluminium Alloys Containing Carbon. *J. Phys. Soc. Japan*, 30:p. 404–411, 1971. Paper.
- [Tho50] H. Thomas. *Z. Metallkd.*, 41:p. 185, 1950. Paper.
- [Tho51] H. Thomas. *Z. Phys.*, 129:p. 219, 1951. Paper.
- [TJ58] A. Taylor and R. M. Jones. Constitution and magnetic properties of Iron-rich Iron-Aluminum alloys. *J. Phys. Chem. Sol.*, 6:p. 16–37, 1958. Paper.
- [TS71] K.J. Tanaka and K. Sahashi. The Zener Relaxation in Fe-Al Alloys and its Application to Diffusion Problems. *Trans. JIM*, 3:p. 130–135, 1971. Paper.
- [UCP97] V.A. Udovenko, I.B. Chudakov, and N.A. Polyakova. The mechanism of high damping state in the alloys of Fe-Al system. *American Society for Testing and Materials*, ASTM STP 1304:p. 204–213, 1997. M3D III: Mechanics and Mechanisms of Materials Damping (Eds. A.Wolfender and V.K.Kinra), Paper.
- [WD75] M. Weller and J. Diehl. *Proc. ICIFUAS-5, Springer Verlag, Berlin*, 1:p. 352–362, 1975. Paper.
- [Wel96] M. Weller. Anelastic relaxation of point defects in cubic crystals. *J. de Physique IV, suppl. J. de Physique III*, C.8-6:p. 63–69, 1996. Paper.
- [Wel01] M. Weller. Point defect relaxations. *Mechanical Spectroscopy Q⁻¹ 2001*, Materials Science Forum, Vol. 366-368, 2001. Eds.: R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Tagungsband.
- [Wer49] C.A. Wert. Precipitations from solid solutions of C and N in α -iron. *Journal of Applied Physics*, 20:p. 943–949, 1949. Paper.
- [WFB⁺99] J. Wolff, M. Franz, A. Broska, R. Kerl, M. Weinhausen, B. Köhler, M. Bauer, F. Faupel, and Th. Hehenkamp. Point defects and their properties in FeAl and FeSi alloys. *Intermetallics*, 7:p. 289–300, 1999.

- [WHG⁺06] J. Wu, F.S. Han, Z.Y. Gao, G.L. Hao, and Q.Z. Wang. Anelasticity correlated to vacancies in B2 Fe-Al alloys. *Phys. Stat. Sol. (A)*, pages p. 1–8, 2006. Paper (online).
- [WL64] H. Warlimont and G. Lütjering. *Acta. Metall.*, 12:p. 1460, 1964. Paper.
- [WM53] C. Wert and J. Marx. A new method for determining the heat of activation for relaxation processes. *Acta Mater*, 1:p. 113–115, 1953. Paper.
- [Wol93] E. Woldt. *Die kalorische Untersuchung der Transformationskinetik in Metallen und Legierungen*. TU Braunschweig, 1993. Habilitationsschrift.
- [WZ49] C.A. Wert and C. Zener. Interstitial atomic diffusion coefficients. *Physical Review*, 76:p. 1169–1175, 1949. Paper.
- [Zac04] D. Zachmann. *Kohlenstoffgehaltmessungen*. TU Braunschweig - Institut für Umweltgeologie, 2004. Persönliche Mitteilung.
- [Zen48] C. Zener. *Elasticity of Metals*. The University of Chicago Press, Chicago, 1948. Buch.
- [ZHG04] Z.C. Zhou, F.S. Han, and Z.Y. Gao. The internal friction peaks correlated to the relaxation of Al atoms in Fe-Al alloys. *Acta Met.*, 52:p. 4049–4054, 2004. Paper.
- [Zim97] A. Zimmermann. *Vibrating-Reed-Messung an Elinvar-Legierungen und an metallischen Gläsern*. TU Braunschweig, 1997. Diplomarbeit.

Persönliche Daten

Persönliches	
Name	Alexander Strahl
geboren	28.04.1973 in Celle
Schulbesuch	
08/1979 - 06/1983	Grund- und Hauptschule Groß Hehlen
06/1983 - 06/1985	Orientierungsstufe Vorwerk
07/1985 - 06/1989	Realschule Westercelle ⇒ Erweiterter Realschulabschluss
07/1989 - 05/1993	Axel-Bruns-Schule Fachgymnasium Technik BBS II Celle ⇒ BGJ Elektrotechnik ⇒ Abitur
Wehrpflicht	
07/1993 - 07/1994	L 4/95 Krisenreaktionskräfte und Lehrbataillon (Artillerie) ⇒ Vermessungssoldat
Studium	
10/1994 - 10/2002	Studium der Physik an der Technischen Universität in Braunschweig ⇒ Vordiplom in Physik WS 1998 ⇒ Diplom in Physik WS 2002 (Nebenfach Philosophie)
Berufliche Tätigkeiten	
10/1994 - 10/2002	Unbefristetes Arbeitsverhältnis bei der Firma Delta Test mit temporärem Einsatz während der gesamten Studiendauer
seit 06/1998	Strahl und Strohmann GbR - Computer Handel und Service
09/1998 - 07/2002	Hilfsassistent für Laborpraktika in Experimentalphysik
11/2002 - 03/2006	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik (Seit 2005 Institut für Physik der Kondensierten Materie)
seit 04/2006	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Fachdidaktik der Naturwissenschaften Abteilung: Physik und Physikdidaktik